ORSAY
n° d'ordre : 251

UNIVERSITE DE PARIS-SUD

CENTRE D'ORSAY

THESE

présentée

Pour obtenir

Le Titre de DOCTEUR Université

PAR

SUN FU-YU

SUJET :

INFLUENCE DES PARAMETRES DU LAMINAGE CONTROLE SUR L'EVOLUTION DES STRUCTURES DES ACIERS AU Nb ET V A HAUTE TEMPERATURE ET LES CONSEQUENCES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES FINALES

soutenue le 10 Juillet 1981 devant la Commission d'examen

MM. P. LACOMBE Président

J. PHILIBERT

G. POMEY

J. LECLERC

A. LE BON

- A MADAME SUN -

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

IRSID

L.S.F. 4850 Juin 1981

REMERCIEMENTS

Cette étude a été effectuée dans les laboratoires de l'Institut de Recherches de la Sidérurgie.

Que M. L. COCHE, Directeur-Général de l'IRSID, M. A. CONSTANT, Directeur Scientifique et Technique, M. Ch. ROEDERER, Directeur adjoint au Directeur-Général, M. G. SANZ, Directeur de l'Etablissement de SAINT-GERMAIN-EN-LAYE, veuillent bien trouver ici l'expression de mes remerciements pour avoir bien voulu me permettre d'accomplir ce travail pendant mon séjour à l'IRSID.

A M. P. LACOMBE, Professeur à l'Université de PARIS SUD-Centre d'Orsay, je dois ma reconnaissance respectueuse pour son patronage et pour l'attention bienveillante qu'il a accordée à ces recherches.

Je tiens à remercier M. le Professeur J. PHILIBERT, Directeur du Laboratoire de Physique des Matériaux, M. le Professeur G. POMEY, Directeur du Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris et M. J. LECLERC, Directeur de la Société USINOR, Direction Métallurgie et Recherche pour l'honneur qu'ils m'ont fait en participant au jury.

Mes remerciements vont plus particulièrement à M. A. LE BON, Responsable du Département Laminage-Soudabilité-Fatigue, grâce à qui cette recherche a pu être conduite. Sa grande expérience nous a notamment permis de poursuivre ce travail, sous sa bienveillante autorité, en gardant conscience de certains problèmes pratiques du laminage à chaud.

Nous exprimons tous nos remerciements à MM. C. ROSSARD, B.J. THOMAS, qui nous ont fait bénéficier de leur aide.

Nous associons dans nos remerciements tous les collègues de la section laminage à chaud. MM. Ch. PERDRIX, T. JONCHERAY, J. GARCIA DE BLAS, G. JOANNES, Y. BERTRET, D. GRANDEMANGE, A. FOURATIER, pour la grande qualité du travail expérimental et pour des nombreuses discussions sur des points plus fondamentaux.

Enfin, que tous mes amis de l'IRSID acceptent cette expression de ma gratitude non seulement pour l'aide matérielle et les conseils précieux qu'ils ont apporté à mon travail, mais également pour l'amitié qu'ils ont montrée envers ma personne, et dont je garderai le plus sympathique souvenir.

Jury proposé :

MM. *LACOMBE P.* Président
PHILIBERT J. Examinateur
POMEY G.
LECLERC J.
LE BON A.

RESUME DE LA THESE D'UNIVERSITE PRESENTEE PAR M. SUN FUYU

Thèse préparée au Laboratoire de l'IRSID sous la direction de Monsieur le Professeur LACOMBE

SUJET : INFLUENCE DES PARAMETRES DU LAMINAGE CONTROLE SUR L'EVOLUTION DES STRUCTURES DES ACIERS AU Nb ET V A HAUTE TEMPERATURE ET LES CONSEQUENCES SUR LES PROPRIETES MECANIQUES FINALES

Au cours de ce travail nous avons examiné l'influence des paramètres du laminage contrôlé d'aciers microalliés au Nb et au V sur l'évolution des structures à hautes températures, et sur les propriétés mécaniques finales. Cette étude, réalisée par torsion à chaud et par laminage expérimental nous a permis d'examiner en particulier le rôle de la température de préchauffage et des températures des deuxièmes et troisièmes phases du laminage contrôlé. Nous nous sommes également attachés à montrer l'influence de l'état structural de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Nous avons systématiquement examiné la croissance du grain austénitique pendant le préchauffage nécessaire à la mise en solution (partielle ou totale) des éléments de microalliage. Nous avons pu montrer que la taille du grain austénitique ($d\gamma$) et la durée de maintien (t) à la température de préchauffage sont reliées par une relation puissance de la forme : $d\gamma = At^n$. L'exposant du temps dépend de la température, il est compris entre 0,2 et 0,3.

Nous avons pu montrer que le choix de la température de deuxième phase est très dépendant de la température de préchauffage. En effet, lorsque cette température est élevée, la deuxième phase doit être réalisée dans un domaine de température où la recristallisation statique relativement facile, conduit à une structure austénitique fine et homogène. Au contraire, lorsque la température de préchauffage est basse, le grain austénitique est naturellement fin, il est alors préférable d'effectuer la deuxième phase dans la zone de non recristallisation pour écrouir au maximum ces grains austénitiques fins.

La troisième phase peut être réalisée entièrement dans le domaine austénitique ou dans le domaine $\gamma + \alpha$. Nous avons donc aussi étudié le rôle d'une déformation dans le mixte $\gamma + \alpha$, sur les structures et les propriétés mécaniques finales. Il est donc important de bien connaître la température de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ et de préciser le rôle de l'état structural de l'austénite sur cette température de transformation (Ar_3).

Cette étude nous a permis d'établir une relation entre la température de transformation (Ar_3) et la taille moyenne des grains austénitiques non écrouis ($d\gamma$) : $Ar_3(°C) = Ao + Kr\ d^{-1}$. Nous avons aussi pu établir une relation entre $A\overset{*}{r}_3$ et la déformation à taille de grain constante : $A\overset{*}{r}_3(°C) = Ar_3 + B\varepsilon^{\alpha}$.

L'observation métallographique a montré qu'il y a deux mécanismes de transformation qui apparaissent successivement lorsque la déformation croît. Les sites de germination α sont situés sur les joints de grains, lorsque la déformation est faible. Lorsque la déformation augmente des sites de germination sur les bandes de déformation deviennent actifs. La transformation est alors contrôlée par les deux mécanismes.

Nous avons examiné les microstructures finales (dislocations, précipités et texture) et leur évolution en fonction des conditions du laminage. La densité de dislocations et le diamètre moyen de fins précipités ont été déterminés. Grâce à la théorie des dislocations, nous avons pu calculer les durcissements par dislocations et par précipitation

Nous avons aussi examiné les propriétés mécaniques finales (caractéristiques de traction et résilience) et leur évolution en fonction des paramètres du laminage contrôlé. Les résultats obtenus confirment que la relation entre la limite d'élasticité (σ_y) et la taille moyenne du grain ferritique (d_α) suit la loi de Hall-Petch : $\sigma_y = \sigma_o + K_y\ d^{-\frac{1}{2}}$ avec $K_y = 18.5\ N/mm^{\frac{3}{2}}$. Le calcul des effets de durcissement nous a montré qu'une formule $\sigma_o = \sigma_i + \sigma_s + \sigma_d + \sigma_p + CK_s\ L^{-m}$, généralement utilisée dans la littérature ne convient pas pour les aciers que nous avons étudiés. Cette étude nous a permis de montrer qu'une formule du type : $\sigma_o = \left[\sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 + (CK_s\ L^{-m})^2\right]^{\frac{1}{2}}$ pour les aciers à faible teneur en carbone (< 0,1 % C) et que des formules du type : $\sigma_o = \left[\sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 + (CK_s\ L^{-m})^2\right]^{\frac{1}{2}} + \sigma_{per}$ et $\sigma_y = \sigma_o + \beta K_y\ d^{-\frac{1}{2}}$ pour les aciers contenant une fraction volumique importante de la perlite permettent de bien décrire les observations expérimentales.

On constate que pour les conditions expérimentales choisies pour cette études, les durcissements par affinement du grain α et par précipitation sont les deux composantes les plus importantes de la limite d'élasticité. Cependant, l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de fin de laminage dans la zone biphasée dépend principalement des durcissements par dislocations et par précipitation.

Nous avons observé que pour les aciers étudiés préchauffés à 1180°C, la relation entre la température de transition (Tc) et la taille moyenne du grain α (d) suit la loi de Cottrell-Petch : $Tc\ (°C) = Tc° - A \log d^{-\frac{1}{2}}$. L'évolution de Tc et Tc° en fonction de la température de fin de laminage dépend

principalement des dislocations, (déformation dans le domaine $\gamma + \alpha$) de la précipitation et des délaminations. En analysant ces paramètres, nous avons pu expliquer pourquoi l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une augmentation de la température de transition pour l'acier à teneur inclusionaire faible et une diminution de la température de transition pour l'acier contenant le plus de soufre.

Dans cette étude nous avons aussi étudié les ruptures avec délamination et discuté le mécanisme responsable de l'apparition des délaminations.

En conclusion cette étude nous a permis de mieux comprendre les mécanismes intervenant pendant le laminage contrôlé. Nous avons pu mettre en évidence le rôle important joué par certains paramètres opératoires sur les propriétés mécaniques finales c'est-à-dire sur les propriétés d'emploi des aciers microalliés au niobium et au vanadium.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547326_0034

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

CHAPITRE 1 : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1.1. Aciers étudiés
1.2. Laminage expérimental
1.3. Simulation en torsion
1.4. Essais mécaniques
1.5. Examens métallographiques
1.6. Examen par rayon X

CHAPITRE 2 : RESULTATS OBTENUS

2.1. Evolution des structures en fonction des paramètres du laminage
2.1.1. Croissance du grain austénitique pendant le préchauffage
2.1.2. Evolution de la structure austénitique au cours du laminage à chaud
2.1.3. Comparaison de l'évolution des structures entre laminage simulé en torsion et laminage réel sur trio pilote
2.1.4. Influence de l'état de l'austénité sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$
2.1.5. Influence des paramètres du laminage sur les microstructures finales
2.2. Influence des paramètres du laminage sur les propriétés mécaniques finales
2.2.1. Caractéristiques de traction et températures de transition
2.2.2. Résiliences et délaminations

CHAPITRE 3 : DISCUSSIONS

3.1. Influence de la température de préchauffage et interaction avec la température de la deuxième phase
3.2. Influence de l'état de l'austénité sur Ar_3 et la transformation allotropique
3.3. Analyse par utilisation de la loi de Hall-Petch
3.4. Analyse par utilisation de la loi de Cottrell-Petch
3.5. Rupture avec délamination

CHAPITRE 4 : CONCLUSIONS

BIBLIOGRAPHIE

ANNEXE

INTRODUCTION

Pour les aciers de construction, les deux caractéristiques mécaniques les plus importantes sont les propriétés de traction et la résilience.

En règle générale, l'augmentation des propriétés de traction conduit à une diminution de la résilience. Mais, d'après la loi de Hall-Petch[1, 2] et la loi de Cottrell-Petch[3, 4], on peut améliorer simultanément ces deux propriétés par un affinement du grain ferritique.

Dans la pratique, il y a plusieurs méthodes pour affiner la structure (par exemple trempe et revenu, normalisation). Pour l'acier non traité thermiquement, une méthode très importante d'affinement du grain ferritique est le laminage contrôlé qui est largement utilisé aujourd'hui dans l'industrie pour produire les tôles fortes destinées à la fabrication de tubes.

Le laminage contrôlé, une forme de traitement thermomécanique à haute température, est un laminage à chaud conduit d'une manière telle que les déformations du métal et les températures de déformation sont prévues et programmées, et non plus subies d'une manière passive, dans le but précis d'obtenir des produits finis ayant les structures et les propriétés désirables.

Le laminage contrôlé des aciers au carbone-manganèse est un cas particulier où la structure visée est une structure ferrite-perlite. L'affinement du grain se déroule suivant deux processus métallurgiques : évolution de l'austénite au cours du laminage à chaud et transformation. Pour obtenir une bonne structure finale, la structure idéale est une austénite fine, homogène et écrouie avant la transformation.

L'expérience montre que pour affiner la structure austénitique, la recristallisation statique est d'une grande importance pratique puisqu'elle permet l'affinement du grain d'origine par recristallisations statiques complètes successives entre passes. La taille du grain obtenue dépend principalement de la composition de l'acier, de la taille du grain initial, de la quantité de déformation et de la température.

En pratique, on peut trouver tous les cas possibles pour cette recristallisation statique, elle peut ne pas avoir lieu, être partielle ou totale suivant les conditions du laminage.

L'expérience a confirmé[5] que l'évolution de la structure austénitique avant la transformation se fait en trois grands stades :

- Dans un stade I (températures élevées), le métal recristallise facilement et rapidement et donne de gros grains.

- Au stade II (températures intermédiaires), la recristallisation statique est plus lente, mais elle peut conduire, si on lui laisse le temps de se développer, à une structure très affinée. Si les conditions sont mal choisies, on peut obtenir une recristallisation rapide à grains grossiers, suivie d'un grossissement secondaire ou au contraire une recristallisation statique incomplète.

  Ce sont les deux causes principales d'hétérogénéité.

- Au stade III (basses températures), la cinétique de recristallisation étant très lente, celle-ci devient pratiquement impossible, et les déformations par passe se cumulent ; on peut alors obtenir une structure austénitique écrouie avec des bandes de déformation.

L'influence de l'état de l'austénite sur la transformation est aussi très importante. L'écrouissage de l'austénite modifie sensiblement les mécanismes de germination et de croissance de la ferrite et favorise l'affinement du grain ferritique. La température de début de transformation (Ar_3) se trouve augmentée tandis que le nombre de germes sur les joints de grains et sur les bandes de déformation s'accroit considérablement. La transformation progresse également un peu plus rapidement.

C'est cet effet particulier de l'état de l'austénite sur la transformation qui explique que l'on puisse tirer parti du laminage à chaud d'une phase (γ) stable à haute température pour améliorer les propriétés d'une autre phase (α) stable à température ambiante qui, en définitive, gouverne les propriétés d'emploi. Par conséquent, cet ensemble de particularités est devenu un sujet important d'étude pour le laminage contrôlé.

Pour certaines applications on peut être amené à "doper" les nuances avec des éléments de microalliages en très faible teneur (maxi : 150×10^{-3}%) que l'on appelle aussi éléments dispersoïdes (Nb.V.Ti) et qui conduisent à une très fine précipitation dans la ferrite.

Ces minuscules précipités (< 100 Å en général) sont des barrières très efficaces à l'écoulement du métal, ce qui conduit à un accroissement important de la limite d'élasticité.

D'après la théorie d'Orowan[6] et d'Ashby[7, 8], le durcissement par précipitation est fonction du diamètre des précipités et de leur fraction volumique. Pour estimer ce durcissement, il faut examiner les modes de précipitation et la distribution des précipités.

Actuellement, dans l'industrie, il y a tendance à la diminution de la température de préchauffage pour des raisons d'économie d'énergie, et décroissance de la température de fin de laminage pour l'amélioration des propriétés mécaniques[9, 10].

Des résultats expérimentaux montrent que l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne en même temps une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution de la température de transition[11 à 13]. Ce phénomène est bien sûr très important, bien qu'il n'existe pas pour tous les aciers. Jusqu'à maintenant, la connaissance dans ce domaine est insuffisante pour donner une explication ; il est nécessaire de continuer à l'étudier.

Le fait de terminer le laminage dans la zone biphasée ($\gamma + \alpha$) a une influence directe importante sur les microstructures et les propriétés mécaniques finales des produits obtenus par laminage contrôlé.

L'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une augmentation de la densité des dislocations, un développement de la sous-structure et de la texture ainsi qu'une modification importante du mode de précipitation et de la distribution des précipités dans la ferrite. Ce sont ces paramètres qui jouent un rôle prédominant dans l'évolution des propriétés mécaniques finales en fonction des conditions de fin de laminage. Evidemment, l'étude approfondie de ce problème est utile pour établir une relation entre les microstructures et les propriétés mécaniques finales et pour trouver les moyens pour améliorer les propriétés d'emploi des aciers issus du laminage contrôlé.

Pour les aciers microalliés et pour certaines conditions de laminage (surtout dans la zone biphasée), un nouveau phénomène - l'apparition de délamination - prend de l'importance. De nombreuses études ont montré que ces "délaminations" qui segmentent la surface de rupture, sont des décohésions par clivage dans le plan du laminage[14, 15]. La rupture principale est par contre de faciès ductile. Lorsque ce phénomène se produit, la résilience évolue dans d'assez fortes proportions lorsque la température d'essai baisse, bien que la rupture principale reste de faciès entièrement ductile : l'énergie du niveau ductile devient alors fonction de la température d'essai.

L'expérience montre que les délaminations modifient la forme des courbes de transition au voisinage du niveau ductile et abaissent la température de transition. Dans cette étude , nous étudierons ce problème afin d'expliquer dans quelles conditions l'abaissement de la tempérautre de fin de laminage peut entraîner une diminution de la température de transition.

Depuis plusieurs années, l'analyse des résultats par utilisation de la loi de Hall-Petch et de la loi de Cottrell-Petch s'est répandue[16 à 19]. Cette méthode est un moyen commode pour approfondir l'analyse des mécanismes de durcissement[20 à 23] et pour préciser les relations entre les microstructures, les propriétés mécaniques et les paramètres du laminage contrôlé.

Dans cette étude, nous avons utilisé deux aciers à faible teneur en Nb et V, pour étudier l'influence des paramètres du laminage contrôlé sur l'évolution des structures à haute température et les conséquences sur les propriétés mécaniques et les microstructures finales.

Les sujets abordés sont les suivants :

- la croissance du grain austénitique pendant le préchauffage,
- l'évolution des structures austénitiques au cours du laminage à chaud,
- l'influence de l'état de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$,
- l'examen des microstructures finales et leur évolution en fonction des conditions du laminage,
- l'examen des propriétés mécaniques finales et leur évolution en fonction des conditions du laminage,
- l'analyse des résultats (limite d'élasticité et la température de transition) par utilisation de la loi de Hall-Petch et de la loi de Cottrell-Petch.
- l'examen de la rupture avec délaminations.

CHAPITRE 1 : MATERIAU ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

1.1. Aciers utilisés

Nous avons choisi pour cette étude deux aciers au Nb-V dont les repères et les compositions chimiques sont donnés au tableau 1.

Ces deux aciers sont issus de coulées industrielles et ont une structure ferrito-perlitique.

L'acier NV est actuellement très représentatif des nuances utilisées pour les tôles à tubes laminés en tôlerie forte et c'est pourquoi nous l'avons retenu pour cette étude.

1.2. Laminage expérimental

Nous avons réalisé deux séries de laminage expérimentaux afin d'étudier l'influence des paramètres du laminage contrôlé sur l'évolution des microstructures du métal à haute température et à température ambiante ainsi que sur les propriétés mécaniques finales.

A. - Dans la première série d'essais, nous avons principalement étudié l'influence des températures (température de préchauffage, température de la deuxième phase de laminage et température de fin de laminage) sur les microstructures et les propriétés mécaniques finales du produit.

Les billettes utilisées pour cette série d'essais sont issues d'une tôle de 70 mm d'épaisseur oxycoupée en billettes de 200 mm de long et 70 mm de large. Elles ont été portées dans un four à gaz soit à 1180°C, soit à 1280°C, ce qui a pour effet de changer la taille de grain initiale et l'état de mise en solution des carbonitrures de Nb et du mitrure d'aluminium.

Pour ces aciers, la mise en solution est totale pour AlN et NbcN à 1280°C. A 1180°C, on estime que 75 % à 80 % du NbcN est solubilisé et que 70 % de AlN l'est aussi.

Après un préchauffage pendant 30 min, les billettes sont laminées sur le laminoir trio expérimental de 200 tonnes de l'IRSID.

Les schémas de laminage expérimentaux qui comportent trois phases sont à quelques variantes près proches du schéma suivant (tableau 2).

Conformément au tableau 2, une passe de laminage (réduction 20 %) a été effectuée dix secondes après la sortie du four (respectivement à 1158°C et 1252°C en températures moyennes calculées). Cette première passe avait pour but de "casser" la structure initiale par

écrouissage - recristallisation afin de se retrouver dans des conditions un peu plus proches de la réalité (probabablement assez voisines de celles qui existent après la phase 1 d'un laminage trois phases "multiphi" lorsque la température de préchauffage est élevée).

Après un temps d'attente t_1, on a effectué sur le larget de 56 mm deux passes à 10 sec. d'intervalle pour atteindre une épaisseur de 36 mm, c'est-à-dire 3e (e-épaisseur finale) à une température variable (repérée A dans le tableau ci-dessus). Pour étudier l'influence de la température de la deuxième phase sur les microstructures et les propriétés mécaniques finales, nous avons fait varier cette température A de 900°C à 1100°C par pas de 50°C.

Pour chacune de ces valeurs de A, nous avons laminé de façon à ce que la température de reprise de la troisième phase (repérée B) se trouve, soit égale à la température Ar_3, soit à Ar_3 + 50°C, soit à Ar_3 - 50°C. C'est donc à partir de cette température de reprise que l'on définira la troisième phase et en particulier la température de fin de laminage. Ce choix nous permet d'examiner l'évolution des microstructures pour des laminages dans le domaine austénitique et biphasé.

La température de fin de laminage est un paramètre particulièrement important dans le laminage contrôlé ; son effet sur la limite d'élasticité et la résilience est très net. Il est donc nécessaire de déterminer une température de fin de laminage aussi basse que possible afin d'améliorer les propriétés mécaniques finales.

Au cours du laminage et après la dernière passe, le larget se refroidit à l'air calme. Les durées d'attente entre les phases (t_1, et t_2) sont déterminées par calcul sur ordinateur à partir d'un modèle simplifié qui nous donne la température moyenne du produit en fonction de ses dimensions.

Pour choisir la température de la troisième phase, il a été nécessaire au préalable de déterminer Ar_3 dans les conditions de laminage retenues après les deux premières phases.

Dans le laminage contrôlé, il y a une accumulation importante d'énergie dans les grains sous forme de dislocations et de bandes de déformation et ceci accélère la transformation et la température Ar_3 augemnte. On appelle ce type de transformation "transformation indute par déformation".

Dans les conditions de laminage décrites ci-dessus, nous avons mesuré le point Ar_3 en utilisant les deux méthodes suivantes :

a. - Analyse thermique

Les billettes utilisées pour examiner Ar_3 étaient perçées perpendiculairement jusqu'à l'axe du produit et à coeur de manière à pouvoir introduire un thermocouple avant laminage. Cette méhtode permet un suivi continu de la température à coeur du larget sur un enregistreur pendant toute la durée du laminage et du refroidissement.

b. - Analyse dilatométrique

Pour déterminer Ar_3 par analyse dilatométrique, après laminage, le produit est posé sur deux supports réfractaires et une pince dilatométrique est placée de part et d'autre du thermocouple définissant ainsi une certaine base de longueurs. Cette pince est équipée de jauges de contrainte dont le signal est envoyé par l'enregistreur après amplification. On obtient ainsi la variation de longueur du larget en fonction de la température et, en parallèle, la loi de refroidissement.

La photographie 1 donne une vue d'ensemble d'un produit (plus mince) équipé de son thermocouple et de la pince dilatométrique.

B. - Dans la deuxième série d'essais, nous avons examiné l'évolution de Ar_3 pour l'acier NV en fonction de la température de la deuxième phase et de la température de préchauffage.

Les billettes utilisées pour cette série d'essais sont issues d'une tôle de 70 mm d'épaisseur relaminée à 30 mm et usinée en morceaux de 150 mm de long et de 70 mm de large.

Ces billettes étaient aussi perçées de manière à pouvoir recevoir un thermocouple avant laminage.

Après préchauffage à 1180°C ou 1280°C, pendant 30 min, les billettes ont été laminées suivant les schémas figurant au tableau 3. Ces schémas ont été calculés comme défini précédemment.

Comme le montre le tableau 3, une première passe de laminage (20%) était effectuée dix secondes après la sortie du four (respectivement à 1145°C et 1235°C en température moyenne calculée). Cette première passe avait pour double but d'assurer un contact intime métal-thermocouple, qui est le garant d'une mesure de température correcte, et de "casser" la microstructure initale par écrouissage-recristallisation comme nous l'avons dit ci-dessus. On peut admettre que cette première passe représente à elle seule la phase 1 d'un laminage "multiphi" à 3 phases.

Après un temps d'attente variable on effectuait sur le larget de 24 mm deux passes de 30% environ séparées de 10 sec. pour obtenir une plaque de 12 mm avec un corroyage de 2. La température de la dernière passe variait de 850°C à 1050°C par pas de 50°C pour le préchauffage à 1180°C et de 850°C à 1100°C par pas de 50°C pour celui à 1280°C.

Cette deuxième partie du schéma simule une phase 2 à température vairable et corroyage constant d'un schéma "multiphi" .

Après la dernière passe, le produit, toujours muni de son thermocouple à coeur, était transféré sur la table d'une machine qui avait été équipée des instrucments suivants :

- pince dilatométrique fixée sur le produit et travaillant sur une base 100 mm dans l'axe du larget et centrée sur la soudure du thermocouple ;

- pyromètre optique bicolore au-dessus du produit et visant une zone centrée sur l'extrémité du thermocouple pour examiner la température de surface afin de calculer la tempéraure moyenne (T surface + T coeur)/2 ; le signal dilatométrique étant rapporté à cette température moyenne.

Les différents signaux sont recueillis sur deux tables XYY'.

Le refroidissement avait lieu à l'air calme.

1.3. Simulation en torsion

En pratique, il n'est pas commode de suivre l'évolution du grain austénitique au cours du laminage expérimental sur le trio pilote. Par contre, toutes les conditions sont remplies pour que nous puissions simuler correctement par torsion à chaud le programme réellement réalisé par laminage expérimental.

En effet, nous connaissons les épaisseurs, les réductions, les températures à coeur (thermocouple), les temps entre passes et les lois de refroidissement entre passes. La seule différence viendra de la vitesse de déformation qui est constante en torsion ($\bar{\varepsilon} = 3.6\ s^{-1}$ pour une vitesse de torsion de 1000tr/min) et variable à chaque passe en laminage, tout en restant du même ordre de grandeur. Lors d'essais antérieurs, nous avions pu montrer que nous obtenions bien les mêmes structures en laminage et en torsion pour des programmes relativement simples, ce qui est le cas ici.

Nous avons donc réalisé des simulations en torsion avec des éprouvettes de la même nuance pour suivre l'évolution des structures au cours du laminage à chaud.

En utilisant la machine de torsion mise au point et utilisée à l'IRSID, décrite en détail dans l'annexe 1, nous avons étudié l'austénisation des nuances NV et AV pendant le préchauffage, l'évolution des structures austénitiques au cours du laminage et en particulier l'influence de l'état de l'austénité sur la transformation .

Pour l'étude de l'austénitisation, les éprouvettes sont d'abord chauffées à 1180°C et 1280°C pendant une durée variable de 2 min à une heure et trempées à l'eau pour examiner la taille du grain austénitique.

Pour étudier l'évolution des structures austénitiques, nous avons choisi deux schémas de laminage qui font l'objet de la figure 1.

Après le préchauffage à 1180°C ou 1280°C, pendant 15 min, les éprouvettes sont trempées avant et après la première et la deuxième phase ainsi qu'à la température de reprise de la troisième phase dans le but d'examiner la taille et la forme du grain austénitique.

Nous avons aussi utilisé la méthode de torsion pour étudier l'influence de l'état de l'austénite sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

D'abord, nous avons simulé les schémas présentés au tableau 3 pour examiner la structure austénitique avant la transformation (trempe à 830°C) en fonction de la température de la deuxième phase.

Dans la zone de recristallisation partielle et la zone de non-recristallisation, les grains sont plus ou moins déformés, la relation entre Ar_3 et l'état de l'austénite est assez complexe. Il faut donc séparer l'effet de taille de grain et l'effet de l'écrouissage du grain austénitique qui sont les deux facteurs qui ont le plus d'influence sur la variation de Ar_3.

Pour examiner l'influence de la taille du grain austénitique en l'absence d'écrouissage sur Ar_3, nous avons choisi un schéma qui figure au tableau 4. Ce schéma nous permet d'obtenir des grains recristallisés et non écrouis avant la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Les éprouvettes ont été préchauffées de façon à faire varier la taille du grain austénitique et la mise en solution de NbCN et AlN pour pouvoir étudier l'influence de ces deux facteurs sur l'évolution de Ar_3.

Après la dernière passe, les éprouvettes ont été refroidies suivant une loi de refroidissement "naturel" jusqu'à une température proche de l'apparition de la ferrite et trempées. On détecte métallographiquement l'apparition de cette dernière et on détermine ainsi Ar_3. Le critère retenu pour définir Ar_3 est la température pour laquelle il y a apparition de 5% de ferrite.

Pour obtenir une taille du grain austénitique variable sur un intervalle le plus grand possible, nous avons aussi réalisé trois essais complémentaires :

- deux conditions : préchauffages à 1180°C et 1280°C pendant 15 min, une seule passe de déformation (20 %), puis refroidissement naturel jusqu'à une température proche de l'apparition de la ferrite et trempe pour déterminer Ar_3 ;
- une condition : préchauffage de 15 min à 1180°C, pas de déformation, refroidissement naturel jusqu'à une température proche de l'apparition de la ferrite et trempe pour examiner Ar_3.

Ces schémas de simulation en torsion nous ont permis d'obtenir des tailles des grains variables de 17 à 40 μm pour le préchauffage à 1180°C et de 28 à 62.5 μm environ pour le préchauffage à 1280°C.

Pour pouvoir étudier l'influence propre de l'écrouissage sur Ar_3, il faut se placer à taille de grain initiale constante et à conditions de déformation constantes (température et vitesse). Pour cela nous avons préparé deux tailles de grain différentes de la manière suivante :

- grain d'environ 62.5 µm par chauffage à 1280°C durant 15 min plus une déformation correspondant à la première passe du schéma de laminage (tableau 4),

- grain d'environ 30 µm par chauffage de 15 mim à 1180°C plus une déformation correspondant à la première passe du schéma de laminage (tableau 4).

Après avoir ainsi obtenu cette taille de grain, les éprouvettes de torsion sont refroidies selon la loi naturelle (à l'air) du larget correspondant (tôle de 12 mm d'épaisseur) jusqu'à 880°C. Cette température qui se trouve nettement dans le domaine de non-recristallisation sera la température de déformation. La quantité de déformation variera entre 0 et 7 trs de torsion (soit ε entre 0 et 1.54) à $\dot{\varepsilon} = 3{,}6\ s^{-1}$.

Après déformation, il y a refroidissement naturel des éprouvettes et trempe à diverses températures pour déterminer micrographiquement Ar_3 suivant le critère déjà défini.

1.4. Essais mécaniques

Après les essais de laminage, il a été procédé à des essais mécaniques de traction et de résilience en long et au travers par rapport au sens du laminage. L'éprouvette de traction est un cylindre de 5 mm de diamètre et de 25 mm de longueur utile. L'éprouvette de résilience est un barreau Charpy V normal (10 x 10 x 50 mm). Elles sont prélevées parallèlement et perpendiculairement au sens du laminage du larget.

La traction a été effectuée à une vitesse de 1 mm/min et à température ambiante. Les essais de résilience ont été effectués à température variable de +60 à -150°C pour obtenir la courbe de transition complète.

1.5. Examens métallographiques

En utilisant les réactifs (nital 4% et acide picrique en solution aqueuse saturée plus agent mouillant), nous avons examiné les structures ferritiques et austénitiques et mesuré la taille des grains obtenus pour chaque condition de laminage et de torsion.

Comme la taille du grain du larget varie du coeur à la surface à cause de la différence des vitesses de refroidissement, nous avons choisi comme critère pour la zone d'observation le quart et les trois quarts de l'épaisseur.

Pour les éprouvettes de torsion, des observations métallographiques ont été pratiquées sur le corps de l'éprouvette parallèlement à l'axe et à une profondeur de 0,2 mm, ce qui correspond à la zone déformée suivant les conditions de simulation du laminage.

Nous avons systématiquement examiné l'évolution des structures austénitiques au cours du laminage à chaud, et l'influence de l'état de l'austénité sur la transformation, ainsi que les mécanismes de germination de la ferrite pendant la transformation.

Nous avons prélevé des lames minces dans les largets pour examiner les microstructures (dislocations, sous-structure et précipités) par microscopie électronique en transmission (EM-400 et JSEM-200) afin d'étudier l'évolution des microstrucutres finales du larget en fonction des conditions du laminage.

Nous avons aussi mesuré la densité des dislocations et la taille des précipités pour calculer leur effet de durcissement.

La détermination de la densité de dislocation a été effectuée par la méthode "des intercepts linéaires" en utilisant la relation[24] :

$$\rho = \frac{2N}{Lt} \qquad (1)$$

où ρ - densité de dislocations en cm^{-2}

N - nombre d'intercepts avec les dislocations par une droite de longueur L

t - épaisseur de la lame mince

L'épaisseur des lames minces utilisées a été déterminée en les basculant de manière à obtenir une bonne réflexion de Bragg, et ensuite en comptant les franges soit à partir du côté le plus proche de la lame, soit aux environs des joints du grain[25].

Pour la taille des précipités, nous l'avons directement apprécié sur des images en fond noir de microscopie électronique.

1.6. Examen par rayon X

La technique de rayon X est utilisée pour examiner la texture. En utilisant la radiation Cu (Ka), nous avons mesuré le coefficient de texture (N_{hkl}) sur la surface supérieure du laminage et les surfaces sens long et travers du larget afin d'étudier l'évolution des textures en fonction des conditions du laminage.

Les coefficients de texture (N_{hkl}) ont été calculés suivant la relation (26) :

$$N_{hkl} = \frac{I_{hkl} / I^{R}_{hkl}}{\frac{1}{n}\sum I_{hkl} / I^{R}_{hkl}} \qquad (2)$$

où I_{hkl} – intensité réfléchie par le plan cristallin (hkl) du métal avec texture

I_{hkl} – intensité réfléchie par le plan cristallin (hkl) du métal sans texture

n – nombre de réflexions (hkl)

Dans cette étude, nous avons pris de la poudre de fer pur comme échantillon de référence sans texture et choisi 5 plans de réflexions (hkl) à savoir (110), (200), (112), (134), (222) pour calculer N_{hkl}.

CHAPITRE 2 : RESULTATS OBTENUS

2.1.- Evolution des structures en fonction des paramètres du laminage à chaud

2.1.1.- Croissance du grain austénitique pendant le préchauffage

La figure 2 montre la croissance du grain γ des aciers repérés NV et AV en fonction de la température de préchauffage et de la durée du maintien en température. La relation entre ces deux grandeurs peut s'exprimer comme suit [27] (voir la figure 3) :

$$d = Kt^n \qquad (3)$$

où d : taille du grain (μm)

t : durée de maintien en température (h)

K,n : constantes

Pour l'acier NV, on a trouvé :

$$\begin{cases} d(\mu m) = 200\ t^{0,19} & (\text{à } 1280°C) \\ d(\mu m) = 67\ t^{0,31} & (\text{à } 1180°C) \end{cases}$$

Pour l'acier AN, on a obtenu :

$$\begin{cases} d(\mu m) = 114\ t^{0,24} & (\text{à } 1280°C) \\ d(\mu m) = 56\ t^{0,31} & (\text{à } 1180°C) \end{cases}$$

Comme le montre la figure 3, pour une même température, la croissance du grain γ de l'acier NV est plus forte que celle de l'acier AV. La différence de croissance du grain s'atténue lorsque la température de préchauffage est basse. Cela dépend, bien sûr, de la composition chimique de l'acier et peut être expliquée par les solubilités de NbCN et de AlN et par leur effet de blocage de la croissance du grain austénitique quand ces composés sont précipités.

En utilisant des aciers au Nb et au Nb-V, Nishida[28] a étudié la croissance du grain γ en fonction de la température de préchauffage. Il a proposé une relation entre la taille moyenne du grain γ et le produit (Nb %) x (C % + $\frac{12}{14}$ N %) (figure 4) afin d'expliquer la différence de croissance du grain γ observée sur les aciers étudiés.

Comme le montre la figure 4, pour une même température, la taille du grain γ diminue avec le produit (Nb %) x (C % + $\frac{12}{14}$ N %).

Sur la même figure, il a aussi reporté le produit de solubilité d'équilibre de NbCN (limite de solubilité de NbCN), calculé d'après l'équation de IRVINE[29] :

$$\log (\text{Nb \%}) \times (\text{C \%} + \frac{12}{14} \text{ N \%}) = - \frac{6770}{T} + 2{,}26 \qquad (4)$$

On peut constater que lorsque le Nb n'est pas complètement dissous et reste sous forme de NbCN, la taille du grain γ reste faible. Cela signifie qu'il y a eu blocage de la croissance du grain γ par les particules de NbCn précipité. De plus, si le Nb est complètement en solution (haute température de préchauffage), la croissance du grain γ est faible dans l'acier dont le (Nb %) x (C % + $\frac{12}{14}$ N %) est élevé.

Sur la même figure, nous avons reporté nos résultats mais, il faut indiquer que la taille du grain γ des aciers NV et AV est mesurée après 1 heure de chauffage alors que les résultats de Nishida ont été obtenus après 2,5 heures de chauffage.

En général, la croissance du grain γ est bloquée par les précipités qui sont situés aux joints des grains et ne sont pas complètement dissous. Si le NbCN est complètement dissous, à haute température, son effet de blocage doit disparaître. Dans ce cas, la croissance du grain γ ne doit plus dépendre du NbCN mais peut rester dominée par d'autres précipités qui ne sont pas encore complètement dissous (par exemple : AlN).

La figure 5 montre la relation entre le produit (Al %) x (N %) et la taille moyenne du grain γ. Sur la même figure, nous avons indiqué le produit de solubilité d'équilibre de AlN (limite de solubilité de AlN), calculé d'après la formule[29] :

$$\log (\text{Al \%}) \times (\text{N \%}) = - \frac{6770}{T} + 1{,}03 \qquad (5)$$

Comme le montrent les figures 4 et 5, à 1180°C le AlN et le NbCN ne sont pas complètement dissous dans les aciers NV et AV et ils bloquent la croissance du grain γ. Cependant, lorsque la température de préchauffage est plus élevée (1280°C), le AlN est complètement dissous dans l'acier NV mais il reste du AlN dans l'acier AV qui bloque la croissance du grain γ. La taille du grain γ dans l'acier AV est donc plus faible que dans l'acier NV (voir figure 2).

Dans la pratique du laminage contrôlé, la température de préchauffage des brames est un des paramètres très importants. Il serait préférable qu'elle soit inférieure à la température à laquelle la totalité de Nb est en solution solide. Cependant, si la température de préchauffage est trop basse, la teneur en Nb en solution solide diminue et par conséquent, la possibilité de durcissement par précipitation devient plus faible. Cela signifie qu'il y a aussi une limite minimale pour la température de préchauffage.

Pour choisir la température de préchauffage, il faut donc considérer non seulement le problème énergétique et les possibilités pratiques, mais aussi tenir compte de toute la séquence du laminage.

2.1.2.- Evolution des structures austénitiques au cours du laminage à chaud (simulation en torsion)

Après 15 min. de préchauffage à 1180°C et 1280°C, l'évolution des structures austénitiques de la nuance NV au cours du laminage est portée sur les figures 6 et 7. Cette évolution correspond aux conditions du laminage qui font l'objet de la figure 1.

Comme le montrent les figures 6 et 7, en trempant dès la fin de la première phase, on obtient une structure austénitique écrouie avec une taille du grain identique à celle existant après le préchauffage.

Pendant le refroidissement, entre la première et la deuxième phase l'austénite recristallise ; les grains s'affinent de 45 µm à 31 µm pour 1180°C et de 160 µm à 62,5 µm pour 1280°C. L'affinement exprimé en pourcentage de la longueur traversée moyenne est de 31 % pour 1180°C et de 61 % pour 1280°C.

Après les deux passes de la deuxième phase à la température de 1000°C, on peut observer une structure austénitique mixte : d'une part, un écrouissage du grain issu de la recristallisation statique après la première phase et,d'autre part, une petite fraction de grains recristallisés issue de la recristallisation partielle pendant les 10 sec de l'interpasse.

Pour une température de deuxième phase donnée, la fraction recristallisée est d'autant plus faible que la température de préchauffage est élevée. En effet, celle-ci influe sur la mise en solution du Nb et la recristallisation est retardée par la présence de Nb en solution.

En prenant en compte les petits grains recristallisés, la taille moyenne des grains d'austénite diminue de 31 µm à 25 µm pour 1180°C et de 62,5 µm à 50 µm pour 1080°C.

Au cours du refroidissement entre la 2ème et la 3ème phase, l'austénite continue à recristalliser jusqu'à la zone de non-recristallisation et, avant la 3ème phase, on obtient une structure mixte de 21 µm pour 1180°C et de 32 µm pour 1280°C.

L'affinement du grain pendant la 2ème phase est de 32 % pour 1180°C et 49 % pour 1280°C.

Les résultats obtenus sont globalement les mêmes pour la nuance AV (figure 8 et 9).

Si on fait une comparaison sur l'effet d'affinement entre la 1ère et la 2ème phase, on peut conclure qu'en gardant la température de la deuxième phase constante à 1000°C, la première phase est d'autant plus importante que la température de préchauffage est plus élevée.

Au contraire, lorsque la taille initiale du grain austénitique est petite, son affinement lors de la deuxième phase deviendra plus important que lors de la première.

Au cours du laminage contrôlé, l'affinement du grain est effectué par recristallisation d'austénite et transformation $\gamma \rightarrow \alpha$. L'expérience montre que la transformation est aussi importante que la recristallisation. Comme le montrent les figures 6 à 9, si l'éprouvette a subi les trois phases de laminage simulé, après transformation, on obtient une structure ferritique de grains de 5 µm environ pour 1180°C et de 7 µm environ pour 1280°C. L'affinement du grain pendant la transformation est de 71-73 % pour 1180°C et de 77-78 % pour 1280°C.

2.1.3.- Comparaison de l'évolution des structures entre laminage simulé en torsion et laminage sur trio pilote

Avant cette étude, nous avions fait des essais de simulation en torsion selon des programmes réels utilisés en usine pour laminer une tôle de 20 mm à partir d'une brame de 300 mm d'épaisseur. Ces programmes sont différents de ceux utilisés sur le trio pilote et ils sont calculés par ordinateur à partir du modèle mathématique mis au point à l'IRSID Maizières (figure 10 - Tableau 5).

Le but de ces essais est d'étudier l'évolution des structures pendant le laminage à chaud et les caractéristiques mécaniques finales du produit obtenu en fonction des paramètres de la 2ème phase et des conditions de fin de laminage.

Après avoir réalisé les essais de simulation en torsion de programmes réels, nous avons commencé à effectuer des essais sur un petit laminoir (trio) de l'IRSID pour vérifier les résultats obtenus par simulation en torsion.

Avec le trio, il n'est pas possible de suivre les programmes comportant de nombreuses passes comme le montre le tableau 5. Nous avons donc choisi des programmes simplifiés qui sont équivalents aux programmes réels du point de vue métallurgique (voir tableau 2).

La figure 12 montre l'évolution des structures γ de l'acier NV au cours du laminage à chaud selon un programme réel simulé en torsion dont les caractéristiques sont les suivantes :

- Ième phase = T_1 = 1172°C , T_2 = 1150°C - 12 passes
  réduction totale = 60 %
- IIème phase : T_3 = 1000°C - 6 passes
  réduction totale = 50 %
- IIIème phase : TFL = 830°C - 11 passes
  réduction totale = 66 %

En comparant les figures 11 et 6, nous observons qu'après la première phase, on obtient une structure presque identique bien que le nombre de passes et le taux de réduction soient très différents du schéma expérimental.

Pendant la première phase, la taille du grain ne change pas (figure 6) car il n'y a qu'une passe. Cependant, sur la figure 11, on voit que la taille du grain s'affine grâce à la recristallisation statique pendant l'interpasse.

Bien que l'évolution des structures au cours de la 1ère phase soit différente, l'affinement du grain est presque identique.

Au cours du refroidissement entre la 1ère et la 2ème phase, l'austénite recristallise et grossit. Mais nous n'avons pas pu observer ce phénomène sur la figure 6 car nous n'avons pas effectué de trempe pendant le refroidissement.

Avant la 2ème phase, nous observons une structure identique pour les deux schémas de laminage (figures 6 et 11). Cette structure recristallise partiellement pendant la 2ème phase et ensuite on obtient une structure mixte : pour partie écrouie et pour partie recristallisée.

Au cours du refroidissement entre la 2ème et la 3ème phase, l'austénite continue à recristalliser, on observe une structure équiaxe, mais hétérogène. L'affinement du grain est de 34 % pour la simulation en torsion du laminage réel et de 31 % pour la simulation en torsion du schéma de laminage expérimental sur trio censé être représentatif du laminage réel.

Si la 3ème phase est effectuée à des températures supérieures à Ar_3^*, après la transformation, on obtient une structure ferritique très fine et équiaxe. L'affinement du grain est de 73 % pour le schéma de laminage réel et de 71 % pour le schéma de laminage sur trio.

Ceci démontre que les résultats obtenus en simulation par torsion d'un laminage industriel réel "3 phases" sont identiques à ceux obtenus par laminage expérimental sur trio et qu'il y a concordance du point de vue de l'évolution microstructurale.

2.1.4.- Influence des conditions du laminage sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$

A.- Résultats obtenus par laminage expérimental sur trio

Celui-ci avait essentiellement pour but de déterminer Ar_3^*, c'est-à-dire la température d'apparition de la ferrite in situ après laminage (30).

Cependant, il a été possible d'exploiter plus complètement le métal ainsi traité, en particulier, un examen micrographique a été effectué pour déterminer la taille moyenne du grain ferritique.

Les résultats pour la nuance NV figurent sur le tableau 6 ainsi que le rappel de la valeur de Ar_3^* mesurée par dilatométrie in situ et ramenée à la température moyenne du larget (coeur + surface / 2).

Les figures 12 et 13 montrent les valeurs obtenues pour Ar_3^* et la taille de grain α.

On constate que le grain α s'affine à partir du moment où Ar_3^* augmente nettement. Comme ce déplacement de Ar_3^* est attribuable à l'écrouissage de l'austénite non suivi de recristallisation (car la température est alors trop basse), on peut en conclure que l'austénite écrouie conduit à un grain α plus fin.

On peut poursuivre l'analyse du phénomène d'une manière plus précise. En effet, le domaine de non-recristallisation absolue apparaît pour des températures inférieures à 980° - 1000°C après réchauffage à 1280°C et pour des températures de l'ordre de 950° à 980°C après chauffage à 1180°C ; la différence s'expliquant par la teneur en Nb solubilisée.

Ceci signifie que dans l'intervalle de température que nous avons balayé pour la 2ème phase, soit 850 à 1100°C, deux possibilités apparaissent :

- Si les deux passes de la deuxième phase sont faites à haute température dans le domaine de recristallisation, le métal aura subi 3 passes capables de le faire recristalliser.

- Si les deux passes de la deuxième phase sont effectuées à basse température dans le domaine de non-recristallisation, le métal n'aura subi qu'une seule passe capable de le faire recristalliser à grains assez grossiers et deux passes d'écrouissage sur ce grain assez gros; or c'est justement ce grain plus gros que le précédent qui conduit au grain ferritique le plus fin et qui fait remonter Ar_3^* en raison de l'écrouissage alors qu'en simple traitement thermique un grain γ plus gros doit conduire à une transformation à plus basse température et à un grain de ferrite plus gros.

B.- Résultats des essais de simulation en torsion

D'après les programmes de laminage expérimental sur trio, nous avons réalisé des simulations en torsion avec des éprouvettes de la même nuance (NV) pour suivre l'évolution du grain austénitique et son "état" peu avant $\overset{*}{Ar}_3$. En simulant par torsion les programmes de laminage et en trempant l'éprouvette de torsion avant $\overset{*}{Ar}_3$ (ici on a toujours trempé à 830°C), on obtient une structure martensitique pour laquelle l'attaque de Bechet-Beaujard révèle les joints de grain γ. On peut alors mesurer ceux-ci. Les résultats se trouvent au tableau 6 et ont été reportés sur les figures 12 et 13.

On obtient bien ce qui était prévisible et exposé dans le paragraphe précédent. A savoir : lorsque les 2 passes de la deuxième phase ont lieu à haute température, le grain d'austénite existant à 830°C provient d'une séquence multiple d'écrouissage - recristallisation, il s'affine donc progressivement sous l'effet des 3 passes d'environ 160 µm à 1280°C et d'environ 45 µm à 1180°C jusqu'à 30 µm et 21 µm respectivement. Il est alors recristallisé.

Au contraire, quand les 2 passes de la deuxième phase sont effectuées à basse température, elles se contentent d'écrouir un grain ayant recristallisé une seule fois sous l'effet de la première passe. La taille des grains est de 62,5 µm après chauffage à 1280°C et une passe et de 30 µm environ après chauffage à 1180°C et une passe.

Par contre, ce gros grain n'est plus équiaxe puisque les deux passes suivantes de la deuxième phase l'écrouissent sans recristallisation possible.

En figeant la structure par une trempe on peut suivre l'évolution micrographique de l'austénite. Une telle séquence est présentée sur figure 14, après austénitisation à 1280°C.

On constate que lorsque la deuxième phase a lieu à 1120°C, l'austénite existant à 830°C est complètement recristallisée (figure 14 a).

Lorsque la deuxième phase se termine à 1080°C ou 1020°C (figure 14 b et c), l'austénite existant à 830°C est en état de recristallisation statique partielle et probablement fortement restaurée.

Dès que la deuxième phase se termine à une température < 1000°C, on n'observe plus que le gros grain issu de la recristallisation statique après la première passe qui est écroui par les deux suivantes (figure 14 d - g).

Le processus est globalement le même pour le préchauffage à 1180°C (fig. 15).

Si on revient aux figures 12 et 13, on peut dire que les variations de d_α et de Ar_3^* sont l'image en fonction de la température de la deuxième phase, d'un affinement progressif du grain γ dans le domaine de recristallisation auquel se substitue progressivement l'effet de l'écrouissage sur un grain plus grossier. Cette évolution est bien sûr contenue puisque l'on passe par un état de recristallisation partielle.

On peut donc idéaliser deux domaines :

- un domaine de températures élevées pour la deuxième phase qui conduit à une structure recristallisée,

On a alors une relation $\bar{d}_\gamma - d_\alpha - Ar_3^*$ qui mérite d'être étudiée.

- un domaine de basse température pour la deuxième phase qui conduit à une structure plus grossière et écrouie conduisant à une relation $\bar{d}_\gamma$ écroui $- \bar{d}_\alpha - Ar_3^*$ différente.

Si nous ne prenons en compte que les états recristallisés totalement (ou presque), on obtient la courbe présentée à la figure 16. Pour étendre un peu le domaine étudié, nous avons également utilisé un grain obtenu par préchauffage à 1180°C, n'ayant pas subi la première passe.

Bien que la courbe obtenue ne soit pas une droite, on voit qu'il existe un rapport de l'ordre de 2 pour $\frac{d_\gamma}{d_\alpha}$ ce qui signifie que statistiquement, dans le plan, chaque grain d'austénite recristallisé donne 4 grains de ferrite et ceci en suivant la loi de refroidissement à l'air d'un plat de 12 mm.

Si l'on cherche à porter sur cette même figure 16 les points correspondants à l'austénite plus grossière mais écrouie ceux-ci s'écartent beaucoup de la courbe obtenue car bien que plus gros ils conduisent à une ferrite plus fine. Ceci est interprétable par l'effet bien démontré de l'écrouissage sur la germination de la ferrite[31][32]. Le rapport $\frac{d_\gamma}{d_\alpha}$ peut alors prendre des valeurs plus importantes (5 pour 1280°C et 3 à 1180°C de réchauffage).

Comme nous l'avons dit ci-avant, pour étudier plus complètement Ar_3^* en fonction de l'état de l'austénite dans le domaine de non-recristallisation, il faut séparer l'effet de taille du grain γ non écroui et l'effet d'écrouissage du grain γ à taille constante.

L'influence de la taille du grain γ non écroui sur Ar_3 a été étudié uniquement par torsion. En partant du programme de laminage de base tel que pratiqué sur le trio, il a été possible, toujours avec chauffage préalable à 1180 et 1280°C, de faire varier la taille de grain initiale en faisant varier la durée de chauffage de 2 min à 60 min.

En gardant la température de la deuxième phase constante à 1100°C on obtient ainsi une certaine gamme de taille de grain γ : de 18 à 25 µm pour 1180°C et de 27 à 33 µm pour 1280°C.

Après 15 min de préchauffage à 1180°C sans déformation si l'éprouvette est refroidie naturellement, on peut obtenir une taille de grain de 40 µm.

Dans les mêmes conditions, en n'effectuant que la première passe du programme, on obtient 30 µm. La même pratique après chauffage à 1280°C conduit à 62,5 µm.

La relation $Ar_3 - \bar{d}_\gamma$ obtenue au cours de ces essais fait l'objet de la figure 17. On voit que le point de transformation Ar_3 diminue avec la taille de grain γ.

Si l'on reporte sur le même diagramme les points obtenus lors du laminage (Tableau 3), on a un accord très satisfaisant si l'on veut bien considérer que ces résultats sont obtenus par des méthodes totalement différentes.

Si l'on considère maintenant l'influence de la déformation dans la zone de non recristallisation sur Ar_3^*, les résultats obtenus font l'objet de la figure 18 et sont repris au tableau 7.

On remarquera l'effet considérable de l'écrouissage sur la position du point Ar_3^* et une certaine saturation du phénomène vers 4 à 5 tours.

Des résultats assez voisins ont été obtenus par I. KOZASU (31) avec un effet de saturation apparaissant vers 40 % de réduction pour un acier à 0,03 % de Nb. Ce phénomène peut être lié à l'effet de saturation de la densité de la bande de déformation (n) en fonction de la déformation dans la zone de non recristallisation. Cela sera discuté dans le chapitre suivant.

2.1.5.- Influence des paramètres du laminage sur les microstructures finales

A.- Structure métallographique

Après laminage contrôlé et refroidissement à l'air, l'acier au Nb-V a une structure ferrito-perlitique. Avec une température de fin de laminage de 800°C (pour l'acier NV) et de 780°C (pour l'acier AV), les grains α fins sont presque tous équiaxes (figure 19). A 750°C (pour NV) et à 730°C (pour AV), une partie des grains sont écrouis (figure 20) ; mais à 700°C (pour NV) et à 680°C (pour AV), la quasi totalité des grains α est écrouie (figure 21).

Cette différence microstructurale entre les deux aciers provient essentiellement de la teneur en carbone qui influe sur la position de Ar_3^*.

La taille moyenne des grains a été mesurée dans le sens long et dans le sens travers. Les mesures figurent au tableau 8.

L'homogénéité de la structure α finale dépend de l'état de l'austénite avant la transformation. L'observation montre que si la structure austénitique est homogène et écrouie avec une taille du grain d'environ 20 µm et si la transformation se développe avec la vitesse de refroidissement naturelle, on peut alors obtenir une structure finale assez homogène avec une taille moyenne du grain ferritique d'environ 5 µm.

Si le grain austénitique avant la transformation est écroui mais avec une taille du grain d'environ 30 µm, on peut obtenir, après transformation, une structure avec une taille moyenne du grain ferritique de 7 µm environ mais moins homogène.

B.- Dislocations et sous-structure

Dans les conditions de laminage contrôlé, la densité et la configuration des dislocations dépendent évidemment de la température de fin de laminage.

Si la dernière passe est effectuée à une température supérieure à Ar_3^*, les dislocations qui ont été créées pendant le laminage devraient disparaître au cours de la transformation. Cependant, des examens par microscopie électronique en transmission montrent qu'il existe beaucoup de dislocations. Celles-ci ont pu être introduites dans la ferrite par des contraintes internes développées au cours de la transformation et du refroidissement ou héritées de l'austénite écrouie.

La figure 22 montre à titre d'exemple des configurations typiques de dislocations dans les aciers NV et AV après fin de laminage à une température supérieure à Ar_3^*.

Lorsque le laminage est terminé à une température inférieure à Ar_3^*, c'est-à-dire dans la zone biphasée, les microstructures sont alors plus compliquées en raison de l'évolution structurale différente. Si des grains γ subsistent après la dernière passe, la configuration des dislocations dans la ferrite issue de cette austénite, doit être la même que celle qui a été présentée ci-dessus (figure 23 a). Cependant, au cours de la troisième

phase du laminage, il y a une partie de l'austénite déjà transformée en ferrite qui subit elle aussi une déformation. On peut alors observer des cellules de dislocations plus ou moins parfaites et de forme équiaxe (figure 23 b et c).

Après la troisième phase de laminage, le métal peut se restaurer pendant le refroidissement et grâce à l'activation thermique les dislocations s'arrangent en parois qui délimitent des sous-grains (figure 23 d et c). L'observation par microscopie électronique en transmission a confirmé que les sous-grains croissent principalement par un mécanisme de coalescence[33, 34].

La densité de dislocations (ρ) mesurée figure dans le tableau 9. On peut voir que la densité de dislocations augmente lorsque la température de fin de laminage diminue et ne dépend pas de la température de la 2ème phase. La relation entre la densité de dislocations et la température de fin de laminage est presque linéaire.

De plus, la densité de dislocations ne dépend presque pas du plan d'observation (sens long ou sens travers).

C.- Modes de précipitation et distribution des précipités

Les examens par microscopie électronique en transmission montrent qu'après laminage pour les nuances NV et AV, il existe deux types de précipités :

1° - précipités qui sont très gros (> 500 Å) peu nombreux avec les formes diverses : ronde, carrée, hexagonale, allongée, lamellaire ou indéterminée comme le montrent les micrographies de la figure 24. Ce type de précipitation est situé soit au joint des grains, soit à l'intérieur du grain.

L'observation montre que dans les mêmes conditions de préchauffage et pour la même température de la 1ère phase, la forme et la taille des gros précipités sont presque pareilles et ne dépendent donc pas de la température de la 2ème phase et de la température de fin de laminage (fig. 25). On peut donc penser que ces gros précipités se forment pendant le laminage à haute température ou que ce sont des précipités existant après le préchauffage c'est-à-dire non mis en solution.

Ces gros précipités ne jouent pas un rôle dans le durcissement de l'acier mais ils peuvent détériorer la résilience ou la ténacité[35, 36].

2° - précipités qui sont très fins (< 200 Å) et nombreux. Ce sont principalement des carbures ou des carbo-nitrures de Nb et V qui ont été mis en solution pendant le préchauffage et reprécipitent au cours du laminage ou de refroidissement.

L'expérience a confirmé que pour NbCN la précipitation purement thermodynamique est difficile dans la phase austénitique et que la cinétique de précipitation est alors très lente, le nez de précipitation se trouvant vers 975°C et 20 minutes pour le Nb[37].

Des résultats voisins ont été rapportés pour AlN.

Bien que l'écrouissage de l'austénite puisse considérablement accéléré la précipitation, on peut admettre que dans la majorité des cas, l'austénite va se transformer alors qu'elle contient encore tout ou partie de ces éléments en solution.

Ceux-ci sont très peu solubles dans la phase α et vont avoir tendance à précipiter lors de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

En considérant l'importance de la précipitation pendant la transformation, on peut penser que l'influence des températures de fin de laminage sur cette précipitation sera importante.

Comme le montre la figure 26, pour les précipités fins, il existe quatre modes principaux de distribution : sur les dislocations, aux joints des grains ferritiques, aux joints des sous-grains et en forme de dispersion dans la matrice.

L'observation a confirmé que les modes de distribution sont liés à la température de fin de laminage. Dans le cas où la dernière passe est réalisée à une température égale ou supérieure à Ar_3^* et suivie d'un refroidissement à l'air calme, les précipités sont distribués préférentiellement sur les dislocations, mais en même temps, on peut aussi observer une partie des précipités sous forme dispersée.

Lorsque les dernières passes sont effectuées dans la zone biphasée, on peut trouver conjointement les quatre modes de précipitation. Cependant, si la température de fin de laminage est dans le domaine à température élevée de la zone biphasée, une grande partie des précipités seront sous forme dispersée et l'autre partie sur les dislocations ou sur les joints de sous-grains. Lorsque la température de fin de laminage est plus basse, on peut constater que la plupart des précipités se trouvent aux joints des sous-grains et sur les dislocations. Mais si la 2ème phase a été effectuée dans la zone de non-recristallisation, on observe aussi beaucoup de précipités sous forme dispersée.

Pour estimer l'effet de durcissement des fins précipités, nous avons mesuré le diamètre moyen des précipités en utilisant les fonds noirs de micrographies électroniques comme ceux qui sont présentés à titre d'exemple sur la figure 27.

Les résultats obtenus montrent que le diamètre moyen des précipités dépend de la température de fin de laminage : plus la température de fin de laminage est basse, plus la taille est petite. Pour l'acier NV, les précipités apparaissent de 85, 72 et 62 Å après fin de laminage à 800, 750 et 700°C respectivement.

Des résultats analogues sont obtenus avec l'acier AV.

D.- Texture

Les coefficients de texture (N) des plans (110), (200), (112), (130) et (222) ont été mesurés pour une surface parallèle au plan de laminage et pour les sens long et travers du larget et font l'objet des tableaux 10 et 11.

Pour les aciers NV et AV, il y a une texture {100} bien développée sur la surface parallèle au plan de laminage du larget et la texture {110} est la plus importante pour les sens long et travers. Elles se développent au fur et à mesure que la température de fin de laminage diminue.

En plus de ces textures, sur la surface parallèle au plan de laminage, on peut aussi observer une texture {111} et une texture {112}, celle-ci ne se trouve qu'à une température supérieure à 750°C pour l'acier NV et à 730°C pour l'acier AV. Ces textures sont beaucoup moins développées que la texture {100}.

Pour le sens travers, il y a aussi une texture {100} qui se développe un peu.

En ce qui concerne l'influence de la température de la $2^{ème}$ phase sur la texture, les résultats obtenus montrent que cette influence n'est pas grande.

Si l'on prend la valeur moyenne du coefficient de chaque texture pour une température de fin de laminage donnée, on remarque que c'est la température de fin de laminage qui a le plus d'effet sur la texture et l'on note une certaine saturation du phénomène vers 750-730°C environ pour l'acier NV (figure 28 a). Cependant, dans l'acier AV, cette saturation n'est pas constatée jusqu'à 680°C (figure 28 b).

Il faut souligner que sur la surface parallèle au plan de laminage du larget, la présence d'une texture {100} est favorable à l'apparition de délaminations. On conçoit en effet qu'une rupture par clivage, parallèlement à la surface de la tôle, soit plus aisée lorsque les plans {100} sont parallèles à cette surface. Ce problème sera discuté dans le paragraphe suivant.

2.2.- Influence des paramètres du laminage sur les propriétés mécaniques finales

2.2.1.- Caractéristiques de traction et température de transition

Les résultats obtenus figurent aux tableaux 12, 13 et 14. On notera que pour l'acier NV préchauffé à 1180°C, l'influence de la température de fin de laminage sur la limite d'élasticité est prépondérante par rapport à celle de la température de la 2ème phase (figure 29) mais on remarquera aussi qu'en ce qui concerne la température de transition, l'effet de ces deux paramètres est également important.

Quand il s'agit de l'acier NV préchauffé à 1280°C, la température de fin de laminage et la température de la 2ème phase ont une grande influence sur la limite d'élasticité et moins d'effet sur la température de transition (figure 30). La limite d'élasticité la meilleure était obtenue pour des températures de la 2ème phase élevées (vers 1050°C).

Pour l'acier AV préchauffé à 1180°C, la température de la 2ème phase et la température de fin de laminage ont une influence importante sur la limite d'élasticité et peu d'effet sur la température de transition. Mais les résultats les meilleurs sont obtenus pour une température de 2ème phase assez basse (900°C) (figure 31).

D'après les résultats obtenus, on remarque pour l'acier NV que l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une augmentation de la limite d'élasticité, de la résistance, et de la température de transition ductile - fragile.

Par contre, pour l'acier AV, la température de transition augmente lorsque la température de fin de laminage augmente.

Les matériaux obtenus par laminage contrôlé présentent plus ou moins d'anisotropie. Cette anisotropie se traduit par une augmentation de la température de transition dans le sens travers et une augmentation des caractéristiques de traction.

La diminution de la température de fin de laminage augmente la différence sur les propriétés entre le sens long et le sens travers. Par exemple, pour l'acier NV préchauffé à 1180°C et une température de 2ème phase de 950°C, nous observons un gain sur la limite d'élasticité travers de 34,0 N/mm² à 800°C, 41,0 N/mm² à 750°C et 66,2 N/mm² à 700°C. Mais la température de transition (TK28J) en sens long est plus basse qu'en sens travers de 8, 15 et 30°C respectivement.

On peut aussi remarquer que dans les mêmes conditions de fin de laminage, l'influence de la température de préchauffage sur l'anisotropie des propriétés est également importante. Par exemple, pour l'acier NV préchauffé à 1280°C et une même température de 2ème phase de 950°C, nous observons un gain sur la limite d'élasticité travers de 18 N/mm² à 800°C, 22 N/mm² à 750°C et 34 N/mm² à 700°C. Mais corrélativement, la température de transition (TK28J) en sens long est plus basse qu'en sens travers de 10°, 10° et 25°C respectivement. Cela signifie que l'augmentation de la température de préchauffage peut diminuer l'anisotropie des propriétés mécaniques du métal après laminage contrôlé.

On constate par ailleurs que la diminution de la température de fin de laminage conduit à une diminution de l'allongement à la rupture, mais dans les mêmes conditions de fin de laminage, la diminution de la température de préchauffage peut l'augmenter.

En ce qui concerne la striction, elle décroît généralement lorsque la température de fin de laminage est basse, mais l'influence de la température de préchauffage ne semble pas être notable.

2.2.2.- Résilience et délamination

A.- Deux formes principales des courbes de transition de résilience

L'expérience montre que pour des tôles de laminage contrôlé, le phénomène de délamination modifie la forme des courbes de transition de la résilience au voisinage du niveau ductile et abaisse la température de transition. Cela est aussi constaté dans nos essais.

Lors des essais de résilience des aciers NV et AV, nous avons observés deux formes principales des courbes de transition (figure 32).

Pour l'acier NV, les courbes de transition Charpy V obtenues en sens long comme en sens travers apparaissent avec une forme comme celle de la courbe (1) sur la figure 32. Cette courbe peut être décomposée en quatre parties dont les caractères morphologiques sur l'aspect de la cassure principale sont les suivantes :

- au-dessus de T_A : un palier supérieur correspondant aux ruptures 100 % ductiles, sans délaminations (figure 33 - a) ;

- entre T_A et T_B : un domaine à énergie de rupture décroissante, correspondant à des cassures principales ductiles, mais présentant des délaminations de plus en plus intenses (figure 33 - b) ;

- entre T_B et T_C : transition du faciès de la cassure principale avec persistance de délaminations peu profondes et apparition de ruptures cristallines de plus en plus intenses sur la cassure principale (figure 33 - c) ;

- en-dessous de T_C : un pseudo-palier inférieur correspondant à des rupture entièrement cristallines dans le plan de l'entaille (figure 33 - d).

Ceci indique de façon évidente que l'évolution de la résilience dans les domaines $T_A - T_B$ et $T_B - T_C$ est étroitement reliée aux délaminations.

Pour l'acier AV, en travers on observe une forme de la courbe de transition semblable à la courbe (2) de la figure 32. Cette courbe peut être décomposée en trois parties dont les caractères morphologiques sur la cassure principale sont les suivants :

- au-dessus de T_a : un palier supérieur correspondant aux ruptures entièrement ductiles sans délaminations, mais avec un caractère morphologique de rupture en "bois pourri" (figure 34 - a) ;

- entre T_a et T_b : un domaine à énergie de rupture décroissante correspondant à la transition de faciès de la rupture principale avec apparition de ruptures cristallines de plus en plus intenses (figure 34 - b) ;

- en-dessous de T_b : un pseudo-palier inférieur correspondant à des ruptures cristallines dans le plan de l'entaille (figure 34 -c).

Si l'on considère les courbes de transition en sens long pour l'acier AV, elles sont pour l'essentiel semblables à la courbe (1) de la figure 32.

La figure 35 résume les formes typiques des courbes de transition pour les aciers NV et AV en sens long et travers.

En comparant les courbes de transition des deux aciers et après l'examen des caractères morphologiques des ruptures principales, pour l'acier AV, sens long, on peut aussi décomposer les courbes de transition en quatre parties, mais les caractéristiques des ruptures principales et la forme des délaminations se présentent d'une manière un peu différente.

On observe que dans le domaine du palier supérieur (ici > - 20°C), il y a des délaminations localisées (Fig. 36 - a). A la température T_A (- 20°C), les délaminations commencent à devenir droites et s'ouvrent plus ou moins profondément dans la cassure principale (figure 36 -b). Entre T_A et T_B (ici - 20 à - 80°C), les délaminations sont de plus en plus intenses et le nombre des délaminations croît. A la température T_B, la rupture cristalline commence à apparaître (figure 36 - c). Lorsque la température d'essai diminue, les délaminations deviennent moins profondes et la partie cristalline de la rupture de plus en plus importante. Lorsque la température d'essai diminue jusqu'à T_c (ici - 120°C environ), la cassure principale est entièrement fragile (figure 36 - d). Dans ce cas, il n'y a plus aucune trace de délaminations.

B.- Influence de la température de la 2ème phase

Les résultats montrent que l'influence de la température de la 2ème phase sur la résilience et les courbes de transition est assez complexe. Dans certains cas, il est net que l'abaissement de la température de la 2ème phase entraîne une diminution du niveau ductile et une diminution de la température de transition (figures 37 - 38). On a observé que l'abaissement de la température de la 2ème phase était favorable à la formation des délaminations. Dans le domaine T_A-T_B, plus la température de la 2ème phase est basse, plus les délaminations sont intenses et plus le nombre des délaminations croît.

C.- Influence de la température de fin de laminage

Comme le montre la figure 39, l'influence de la température de fin de laminage sur la résilience et la température de transition est très importante.

En général, l'abaissement de la température de fin de laminage (surtout dans la zone biphasée) entraîne une diminution de la résilience et une diminution de la température de transition, comme le montrent les courbes de transition obtenues en sens long pour l'acier AV.

Par contre, pour l'acier NV, l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une diminution de la résilience et une augmentation de la température de transition. Ce phénomène est aussi observé en sens travers pour l'acier AV.

On constate la décroissance de la résilience en fonction de la température d'essai, beaucoup plus grande pour l'acier NV que pour l'acier AV.

A propos du nombre des délaminations, on observe que pour l'acier AV; il est de 4, 6 et 8 pour une TFL = 780°, 730° et 680°C respectivement et de 4, 5 et 5 pour une TFL = 800°, 750° et 700°C respectivement pour l'acier NV en sens long.

CHAPITRE 3 : DISCUSSION

3.1. Influence de la température de préchauffage et interaction avec la température de la deuxième phase

Dans le laminage contrôlé, il y a plusieurs paramètres importants qui influent directement ou indirectement sur les microstructures et les propriétés mécaniques finales des produits. Entre ces paramètres il existe sans contredit des relations. L'étude profonde de ces relations est très importante pour optimiser les schémas de laminage contrôlé.

Dans cette étude nous discuterons essentiellement des relations entre la température de préchauffage et la température de 2ème phase. Cette question, quoique rarement étudiée, présente un grand intérêt.

L'expérience montre que dans les mêmes conditions de laminage, l'augmentation de la température de préchauffage entraîne une augmentation des caractéristiques de traction et une diminution de la résilience. Cependant, cette évolution peut être modifiée par l'effet de la température de la 2ème phase.

Comme le montrent les figures 29 et 30, l'influence de la température de la 2ème phase sur les propriétés mécaniques est tout à fait différente selon la température de préchauffage.

On voit que lorsque la température de préchauffage est basse, l'évolution de la limite d'élasticité ne dépend presque pas de la température de la 2ème phase, mais quand la température de préchauffage s'élève, la température de la 2ème phase a une grande influence sur la limite d'élasticité.

Si l'on compare les figures 29 et 30 avec les figures 12 et 13, on peut comprendre que l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de la 2ème phase présentée sur les figures 29 et 30 soit régulière.

Il faut indiquer d'abord que pour les aciers NV et AV, dans nos conditions expérimentales, les composantes du durcissement les plus importantes sont les durcissements par affinement du grain férritique et par précipitation (voir tableau 15). Ce sont ces deux durcissements qui sont sensiblement affectés par la température de la 2ème phase.

L'affinement des grains γ et α en fonction de la température de $2^{ème}$ phase a déjà été démontré (figures 12 et 13). Bien que l'évolution du grain γ en fonction de la température de $2^{ème}$ phase soit assez grande, après la phase de laminage et la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ la différence de taille du grain α est faible. Pour 1180°C comme température de préchauffage, on obtient des grains α plus petits lorsque la $2^{ème}$ phase a été effectuée dans la zone de non-recristallisation (tableau 8). Dans ce cas, le durcissement par affinement du grain augmente de 20 - 30 N/mm^2 par rapport au cas où la $2^{ème}$ phase est effectuée dans la zone de recristallisation.

Cependant avec l'acier NV, préchauffé à 1280°C, et après la 3eme phase et la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, on obtient une taille de grains α plus petite lorsque la $2^{ème}$ phase a été effectuée dans la zone de recristallisation (tableau 8). Le durcissement par affinement du grain augmente ainsi la limite d'élasticité de 20 - 30 N/mm^2 par rapport à celle obtenue lorsque la $2^{ème}$ phase est effectuée dans la zone de non-recristallisation. Cela n'est pas suffisant pour expliquer le phénomène observé. On doit donc penser que la précipitation joue un rôle particulièrement important dans l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de la $2^{ème}$ phase, après le préchauffage à 1280°C.

On sait qu'à 1280°C, tout le Nb est en solution solide. Si la $2^{ème}$ phase est effectuée dans la zone de recristallisation (1050° - 1100°C), le Nb reprécipite très peu en phase γ et presque tout le Nb précipitera pendant la transformation. Le durcissement par la précipitation est bien sûr plus important. Lorsque la $2^{ème}$ phase est effectuée dans la zone de non-recristallisation il y a une partie de Nb qui est reprécipitée dans l'austenite et le durcissement par précipitation en α sera donc relativement plus faible. Il en résulte qu'après avoir effectué la $2^{ème}$ phase dans la zone de recristallisation, la limite d'élasticité doit être plus élevée que dans la zone de non-recristallisation.

Par conséquent, on peut proposer les conclusions suivantes :

(A) lorsque la température de préchauffage est élevée, le grain γ issu de la $1^{ère}$ phase est assez grossier. Il faut alors effectuer la $2^{ème}$ phase dans la zone de recristallisation pour affiner le grain γ . Dans ces conditions, l'affinement du grain par la $2^{ème}$ phase est très efficace (voir fig. 13), on peut obtenir un grain γ fin et homogène. Cela est très important pour obtenir une structure finale .

Evidemment, le schéma favorable "Trois phases" du laminage contrôlé peut être remplacé par un schéma deux phases respectant les mêmes impératifs.

(B) Si la température de préchauffage est basse, le grain issu de la première phase sera assez petit. Dans ce cas, la 2eme phase effectuée dans la zone de recristallisation n'est pas très efficace pour affiner le grain γ (voir fig. 12). On a donc intérêt à effectuer la 2eme phase dans la zone de non-recristallisation pour écrouir le grain d'austenite le plus possible. Cela nous permet d'obtenir après la transformation une structure α très fine et homogène.

3.2. Influence de l'état de l'austenite sur Ar_3 et la transformation allotropique

(A) Relation entre Ar_3 et la taille moyenne du grain $\bar{d}_\gamma$ non écroui

Cette relation peut s'exprimer :

$$Ar_3 = A_o + K_\gamma \, d_\gamma^{-1} \quad \text{en °C} \qquad (6)$$

avec $A_o = 660°C$ et $K_\gamma = 1.63°C$ mm

On peut considérer cette relation comme physique puisque d_r^{-1} à la dimension d'un rapport surface/volume.

Maintenant que nous disposons de résultats dans le domaine de température où la deuxième phase conduit à une recristallisation, il nous faut examiner l'influence de cette deuxième phase quand elle conduit à un écrouissage sans recristallisation.

(B) Relation entre Ar_3^* et la déformation dans la zone de non-recristallisation

Comme on connaît la relation $Ar_3^* = f(d_\gamma^{-1})$ en l'absence d'écrouissage, on peut tenter d'introduire une loi donnant Ar_3 en fonction de la déformation ε lorsqu'il y a écrouissage de l'austenite.

D'après la figure 18, on peut proposer une formule (fig. 41) qui s'écrit :

$$Ar_3^* = Ar_3 + B\varepsilon^\alpha \qquad (7)$$

Pour les valeurs numériques, on a trouvé (acier NV) :

- pour 1189°C et $\bar{d}_{\gamma} = 30$ µm, $B = 60$ $\alpha = 0.51$
- pour 1280°C et $\bar{d}_{\gamma} = 62.5$ µm, $B = 86$ $\alpha = 0.57$

Bien que cette équation n'ait pas de justification théorique, on a ainsi une manière commode de calculer la variation de Ar_3^* à taille de grain constante.

L'application de ces formules simples au cas des figures 17 et 18 donne, pour 50 % de déformation ($\varepsilon = 0,825$) à 880°C avec des grains respectivement de 30 et 62.5 µm, une très bonne prévision de la température Ar_3^* mesurée.

(C) Mécanisme de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$

Une étude métallographique systématique a été menée sur les échantillons de torsion pour l'acier NV.

La figure 42 montre l'évolution de la germination de la ferrite avec la déformation pour le préchauffage à 1180°C. Cette évolution peut se décrire de la manière suivante : en absence de déformation, le grain γ est équiaxe et assez homogène. La ferrite apparaît sous forme grossière aux joints des grains (fig. 42 a). Pour une déformation modérée, les sites de germination α sont toujours situés sur les joints de grain mais beaucoup plus nombreux (fig. 42 b). Il n'y a pas de bandes de déformation intragranulaires dans ce cas.

Pour des déformations supérieures (fig. 42 c et d), des bandes de déformation apparaissent et finissent par servir de sites de germination au même titre que les joints de grains (fig. 42 e et f).

L'évolution est sensiblement la même pour un grain plus grossier obtenu après préchauffage à 1280°C (voir fig. 43).

Il y a donc deux mécanismes qui apparaissent successivement lorsque la déformation croit :

- Une activation importante des sites de germination α sur les joints de grain.

- L'apparition de bandes de déformation, d'autant plus facilement et d'autant plus nombreuses que le grain est grossier, mais ces interfaces ne sont pas immédiatement activables pour la germination α .
- L'activation de site de germination α sur les bandes de déformation lorsque la déformation devient grande.

Des résultats semblables ont déjà été exposés par KOZASU[31] et par PRIESTNER[39] sans toutefois insister sur le fait que la germination α sur les bandes de déformation n'intervient qu'après celle sur les joints de grain et que la densité de bandes dépend de la taille du grain γ .

Pour tenter de quantifier cette évolution microstructurale, on a déterminé la densité de bandes de déformation et la variation de surface intergranulaire selon le modèle proposé par UNDERWOOD[40] utilisé par KOZASU[31] et récemment repris par PRIESTNER[41] . Les résultats sont rassemblés au tableau 7 avec n = densité linéaire de bandes de déformation et $\Delta S_{v.g}$ = variation relative de la surface de joint de grain par unité de volume.

Les mêmes résultats sont rassemblés graphiquement sur la fig. 44.

Cette figure montre très nettement que l'écrouissage augmente la surface où la germination α est possible mais ce traitement n'indique rien sur la probabilité d'apparition des germes, or il semble que ce facteur soit prépondérant. Il suffit pour s'en convaincre de regarder les figures 42 a et b, où il apparaît qu'après une déformation de un tour ($\varepsilon = 0.22$) il n'y a pas encore de bandes de déformation, seulement une variation mineure de la surface des joints de grain et pourtant un nombre nettement plus élevé de sites activités sur les joints que dans le cas sans déformation.

3.3. Analyse par utilisation de la loi de Hall-Petch

Les grains α des aciers après laminage contrôlé sont très fins, ils ont donc un grand effet durcissant.

D'après la loi de Hall-Petch, la relation entre la limite d'élasticité $(\sigma_y)^*$ et la taille des grains (d) s'écrit [1.2] :

$$\sigma_y = \sigma_o + K_y d^{-\frac{1}{2}} \qquad (8)$$

où σ_o - résistance à la propagation des dislocations à l'intérieur du grain.

K_y - constante de durcissement par affinement des grains.

Comme le montre la fig. 45, d'après nos résultats expérimentaux pour l'acier NV préchauffé à 1180°C, en utilisant la formule de Hall-Petch, nous avons trouvé pour TFL = 800° et 750°C :

$$\sigma_y \ (N/mm^2) = 224 + 18.5 \ d^{-\frac{1}{2}} \qquad (9)$$

et pour TFL = 700°C

$$\sigma_y \ (N/mm^2) = 282 + 18.5 \ d^{-\frac{1}{2}} \qquad (10)$$

La fig. 46 montre la relation entre la limite d'élasticité et la taille moyenne des grains de l'acier AV préchauffé à 1180°C. Nous avons trouvé pour TFL = 780°C :

$$\sigma_y \ (N/mm^2) = 304 + 18.5 \ d^{-\frac{1}{2}} \qquad (11)$$

et pour TFL = 730° et 680°C

$$\sigma_y \ (N/mm^2) = 365 + 18.5 \ d^{-\frac{1}{2}} \qquad (12)$$

* σ_y = Re = limite d'élasticité.

Ceci indique de façon évidente que l'acier C-Mn à faible teneur en Nb et V, la relation entre la limite d'élasticité et la taille des grains suit la loi de Hall-Petch. Comme K_y ne dépend pas de la nuance et de la température de fin de laminage, l'effet de durcissement par affinement des grains doit être le même.

Le paramètre σ_o est la somme de divers effets :

- résistance au frottement interne du cristal (σ_i)
- durcissement des éléments en solution solide (σ_s)
- durcissement par les dislocations (σ_d)
- durcissement par la précipitation (σ_p)
- durcissement par la texture (σ_t)
- durcissement par les sous grains ($CK_s L^{-m}$) , où K_s - constante de durcissement par les sous grains, L - taille moyenne des sous grains , m - exposant (de $\frac{1}{2}$ à 1) et c - proportion de sous grains/grains.

Des résultats expérimentaux montrent que ces effets sont à peu près additifs [18, 19, 42, 43], on peut donc développer la formule suivante :

$$\sigma_o = \sigma_i + \sigma_s + \sigma_d + \sigma_p + \sigma_t + CK_s L^{-m} \qquad (13)$$

Maintenant en utilisant nos résultats expérimentaux nous allons calculer les effets de durcissement pour vérifier cette formule et discuterons de l'influence de la température de fin de laminage sur les diverses composantes du durcissement total.

On sait que le terme de frottement du cristal σ_i est principalement lié à la force de Peierls-Nabarro. Actuellement, pour des aciers semblables à celui étudié ici, on admet σ_i = 65-80 N/mm^2 [17, 44]. Nous prendrons une valeur moyenne soit : σ_i = 70 N/mm^2.

Le durcissement par les éléments en solution solide (σ_s) est souvent calculé maintenant selon la formule suivante [45] :

$$\sigma_s = (32.5 \times Mn\ \%) + (84 \times Si\ \%) \qquad (14)$$

soit pour l'acier NV σ_s = 72.4 N/mm^2

pour l'acier AV σ_s = 74.8 N/mm^2

En ce qui concerne l'effet de durcissement par les dislocations, on peut l'évaluer selon la relation :

$$\sigma_d = \alpha G b \sqrt{\rho} \qquad (15)$$

où

G - module de cisaillement de la matrice

b - vecteur de Burgers

α - constante dépendant de la structure cristalline

ρ - densité de dislocation.

Pour le fer pur et l'acier C-Mn à faible teneur en Nb, on prend G = 8.3 x 10^4 N/mm^2 , b = 2.48 x 10^{-7} mm, α = 0.38 [45] et l'on obtient :

$$\sigma_d\ (N/mm^2) = 7.6 \times 10^{-4} \sqrt{\rho} \qquad (16)$$

où ρ est exprimée en cm^{-2}

D'après nos résultats expérimentaux (voir tableau 9), nous avons calculé σ_d en fonction de la température de fin de laminage pour les aciers NV et AV.

A propos du durcissement par précipitation, on a observé qu'il y a de nombreux précipités qui sont très fins et dispersés dans les aciers NV et AV. Ces précipités freinent efficacement le mouvement des dislocations et conduisent à un accroissement important de la limite d'élasticité.

D'après la théorie d'OROWAN et ASHBY[6.7.8], le durcissement par précipitation s'écrit :

$$\sigma_p = \frac{2.5\ G\ b\ \sqrt{fv}}{2.36\pi\ \bar{x}\ (\frac{\sqrt{\pi}}{4} - \sqrt{fv})} \quad \text{en } (\frac{\bar{x}}{2b}) \qquad (17)$$

où fv - fraction volumique des précipités

$\bar{x}$ - diamètre moyen des précipités interceptés par le plan de glissement

Dans les aciers NV et AV, la teneur de Nb est 0.052 % et 0.029 % . Si tout le Nb devient un carbure NbC, la teneur de NbC sera 0.059 % dans l'acier NV et 0.033 % dans l'acier AV. L'expérience montre que dans l'acier rechauffé à 1180°C pendant 30 mn, il n'y a que 75 % de NbC (ou de NbCN) en solution, lequel reprécipitera pendant et après le laminage contrôlé, ce qui signifie qu'il n'y a que 0.044 % de NbC (dans l'acier NV) et 0.025 % de NbC (dans l'acier AV) qui peuvent conduirent à un accroissement important de la limite d'élasticité par précipitation.

On sait que la densité de la ferrite est de 7.86 et celle de NbC est de 7.85, par conséquent, la fraction volumique des précipités NbC (fv) doit être de 0.044 % pour l'acier NV et de 0.025 % pour l'acier AV.

Au sujet du nitrure (ou carbure) de V, il est totalement solubilisé après 30 mn de préchauffage à 1180°C et il reprécipite après le laminage contrôlé. Si l'on prend le carbure VC , comme sa densité est 5.77, la fraction volumique (fv) est à peu près 0.094 % pour l'acier NV et 0.157 % pour l'acier AV . La fraction volumique totale des précipités NbC et VN est alors 0.138 % pour l'acier NV et 0.182 % pour l'acier AV.

Comme la fraction volumique est petite, la formule (17) peut être simplifiée :

$$\sigma_p = \frac{10\ G\ b\ \sqrt{fv}}{2.36\pi^{\frac{3}{2}}\ \bar{x}}\ \ln\ (\frac{\bar{x}}{2\ b}) \qquad (18)$$

Si on prend $G = 8.3 \times 10^4$ N/ mm^2, $b = 2.48 \times 10^{-7}$ mm et un diamètre du précipité constant, on obtient une relation linéaire entre σ_p et fv dans des coordonnées logarithmiques (fig. 47).

D'après nos résultats expérimentaux, le diamètre moyen des précipités est de 85, 72 et 62 Å après fin de laminage à 800°, 750° et 700°C respectivement. En utilisant la fraction volumique estimée, nous avons pu calculer le durcissement par précipitation (σ_p) .

En ce qui concerne σ_T (texture), l'étude de MINTZ[46] et BAKER [19] montrent qu'il n'est pas important ; on peut le négliger dans l'analyse selon la loi de Hall-Petch.

Le durcissement par affinement des grains $K_y\, d^{-\frac{1}{2}}$ est calculé en utilisant $K_y = 18.5$ N/ mm$^{\frac{3}{2}}$ pour l'acier NV et l'acier AV. Cette valeur a été obtenue expérimentalement.

Tous les résultats calculés sont rassemblés au tableau 15. On peut remarquer que :

A - les durcissements par affinement des grains et par précipitation sont les plus importants pour la limite d'élasticité. Ainsi pour l'acier NV, après fin de laminage à 800°, 750° et 700°C, les valeurs de $K_y\, d^{-\frac{1}{2}}$ sont respectivement 51.5 %, 52.2 % et 48 % de la limite d'élasticité. Pour l'acier AV, après fin de laminage à 780°, 730° et 680°C, les valeurs de $K_y\, d^{-\frac{1}{2}}$ sont respectivement de 45.5 %, 46 % et 39.3 % de σ_y .

B - l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une augmentation importante du durcissement par les dislocations et la précipitation.

C - Selon la formule (13) la somme de σ_i , σ_s , σ_d et σ_p a déjà exédé de beaucoup la valeur de σ_o et la limite d'élasticité calculée σ_y d'après la formule (8) est également beaucoup plus élevée que σ_y mesurée. Ceci nous permet de douter de la validité de la formule (13) et de sa généralité. Bien que cette formule soit généralement utilisée, il n'y a pas eu de résultats expérimentaux suffisants jusqu'à maintenant pour vérifier cette formule.

D'après nos résultats, il est plus exact d'exprimer σ_o par une formule en racine carrée :

$$\sigma_o = \left[\sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 + (CKs\, L^{-m})^2\right]^{\frac{1}{2}} \qquad (19)$$

Comme le montre le tableau 15, en utilisant cette formule, on a obtenu des valeurs de σ_o et de σ_y qui sont en accord excellent avec σ_o et σ_y mesurées pour l'acier NV.

Cependant, pour l'acier AV, les valeurs calculées de σ_o et de σ_y sont plus basses que celles mesurées. La différence est de 60 N/mm^2 environ. Cela peut dépendre des durcissements par les sous-grains et par la perlite.

Dans cette étude, nous n'avons pas pris en compte le durcissement par les sous-grains ($CK_s\ L^{-m}$) à cause de la difficulté de déterminer correctement K_s et des incertitudes sur le paramètre C, car l'observation par microscopie électronique montre que les sous-grains n'existent pas dans tous les grains.

D'après les résultats obtenus par BAKER[19], pour l'acier au Nb, le durcissement par les sous-grains est de 70 à 130 N/mm^2 lorsque le laminage final est effectué dans la zone biphasée. Si l'on prend une valeur moyenne de 100 N/mm^2 pour effet, d'après la formule (19), la contribution des sous-grains dans σ_y et σ_o est de 15 à 20 N/mm^2. Cet ordre de grandeur n'influe pas sur la coincidence satisfaisante entre les valeurs mesurées et calculées de σ_y et σ_o pour l'acier NV, mais il souhaite une différence de 40 N/mm^2 environ pour l'acier AV.

On sait que pour l'acier à faible teneur en carbone, l'effet de durcissement par la perlite sur la limite d'élasticité peut être négligé [48], mais si la fraction volumique de la perlite dans l'acier est élevée, son effet sur la limite d'élasticité deviendra important. GLADMAN et al.[49] ont établi une relation entre la limite d'élasticité, la fraction volumique de perlite et la composition chimique :

$$\sigma_y\ (MN/m^2) = 15.4 \left\{ f_\alpha^{\frac{1}{3}} \left[2.3 + 3.8\ (Mn) + 1.13\ d^{-\frac{1}{2}}\right] + (1 - f_\alpha^{\frac{1}{3}}) \left[11.6 + 0.25\ So^{-\frac{1}{2}}\right] + 4.1\ (Si) + 27.6\ N^{\frac{1}{2}} \right\} \qquad (20)$$

où f_α - fraction volumique de la ferrite

$(1 - f_\alpha)$ - fraction volumique de la perlite

d - taille moyenne du grain ferritique

So - distance entre les lamelles de cémentite.

Cette formule permet de montrer l'évolution des composantes du durcissement en fonction de la fraction volumique de la perlite (fig. 48).

On voit sur cette figure que l'augmentation de la fraction volumique de la perlite entraîne une augmentation du durcissement par la perlite et une diminution du durcissement par l'affinement du grain ferritique.

Pour l'acier NV, la fraction volumique de la perlite n'est que de 9.8 % à cause de la faible teneur en carbone (0.094 % C) et le durcissement par la perlite est donc faible (< 10 N/mm^2).

Cependant, pour l'acier AV, en raison de la teneur en carbone plus élevée (0.197 % C), la fraction volumique de la perlite est de 35 %. Dans ce cas, on obtient un durcissement par la perlite ($\sigma_{per.}$) de 40 N/mm^2 environ, mais en même temps le durcissement par affinement du grain α diminue de 10 N/mm^2 environ par rapport au cas où il n'y a pas de perlite.

D'après l'analyse ci-dessus, on confirme que si l'on considère les durcissements par la perlite et par les sous-grains, les valeurs calculées de σ_o et σ_y sont également en accord satisfaisant avec s_o et σ_y mesurées pour l'acier AV. Par conséquent, on peut en conclure que :

(a) la formule (19) ne convient qu'aux aciers dont la teneur en carbone est faible (< 0,1 % C)

(b) si la teneur en carbone est plus élevée (par exemple ⩾ 0.2 % C), il faut utiliser pour calculer le paramètre σ_o et la limite d'élasticité les formules suivantes que nous présentons dans cette étude :

$$\sigma_o = \sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_\rho^2 + (CK_s L^{-m})^{\frac{1}{2}} + \sigma_{per} \qquad (21)$$

avec $\sigma_{per} = 15.4 \quad (1 - f_\alpha^{\frac{1}{3}}) \quad (11.6 + 0.25 \, So^{-\frac{1}{2}})$ voir la formule 20).

et $$\sigma_y = \sigma_o + \beta K_y d^{-\frac{1}{2}} \qquad (22)$$

où β = coefficient dépendant de la fraction volumique de la perlite (β = 0 à 1)

Evidemment, ces formules peuvent être utilisées dans tous les cas.

Enfin, il faut noter qu'actuellement dans l'analyse des mécanismes de durcissement des aciers de laminage contrôlé, on ne prend pas en compte les réactions entre les précipités, les atomes en solution et les dislocations. Ces effets sont bien sûr importants. En conséquence, il faudrait encore approfondir l'étude de la loi de Hall-Petch pour les aciers après laminage contrôlé.

3.4. Analyse par utilisation de la loi de Cottrel-Petch

L'expérience montre que l'affinement du grain entraîne une augmentation de la résilience et une diminution de la température de transition. Ceci peut être expliqué par la théorie des dislocations de la rupture de Cottrel-Petch[3, 4].

D'après cette théorie, le critère de la germination de la fissure est le suivant :

$$(\sigma_o \, d^{-\frac{1}{2}} + K_y) \; K_y' \geqslant \beta \, \gamma \, \mu \qquad (23)$$

où σ_o , d et K_y sont les mêmes que ceux de la formule (8), K_y' est une constante de Hall-Petch relative au cisaillement. γ - énergie superficielle. μ - module d'Young. β - coefficient d'état de contrainte.

Nous remarquons que plus la valeur de d est petite, plus la rupture fragile est difficile, c'est-à-dire que le niveau ductile est plus haut.

Nous savons que la relation entre σ_o et T (Température) s'écrit :

$$\sigma_o = B \exp (- CT) \qquad (24)$$

avec B, C - constantes liées à l'acier.

En utilisant les formules (23) et (24), nous pouvons obtenir la relation entre la température de transition (T_c) et la taille moyenne des grains :

$$T_c = C^{-1} \, (\ln B - \ln (\beta \, \gamma \, \mu \, K_y'^{-1} - K_y) - \ln d^{-\frac{1}{2}}) \qquad (25)$$

d'où la formule simplifiée :

$$T_c = T_c^o - A \log d^{-\frac{1}{2}} \qquad (26)$$

où T_C° et A - constantes liées à l'acier.

En utilisant la formule (26) et nos résultats expérimentaux, ceci conduit à trois parallèles dépendant de la température de fin de laminage (fig. 49 et 50). Nous avons donc obtenu pour l'acier NV et TFL = 800°C.

$$T_c\ (^\circ C) = 456 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{27}$$

pour TFL = 750°C

$$T_c\ (^\circ C) = 483 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{28}$$

et pour TFL = 700°C

$$T_c\ (^\circ C) = 488 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{29}$$

Pour l'acier AV et TFL = 780°C

$$T_c\ (^\circ C) = 483 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{30}$$

pour TFL = 730°C

$$T_c\ (^\circ C) = 474 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{31}$$

pour TFL = 680°C

$$T_c\ (^\circ C) = 463 - 500 \log d^{-\frac{1}{2}} \tag{32}$$

avec d en mm.

D'après les résultats ci-dessus nous remarquons que : (a) l'effet de l'affinement des grains est très important non seulement pour la limite d'élasticité, mais aussi pour la température de transition.

(b) Pour l'acier C-Mn à faible teneur en Nb et V, la relation entre la température de transition et la taille des grains suit la loi de Cottrel-Petch. Comme la constante A ne dépend presque pas de la nuance et de la température de fin de laminage, l'effet de diminution de la température de transition par affinement des grains doit être le même pour le même type d'acier.

(c) La température de fin de laminage joue un rôle particulièrement important dans l'évolution de la température de transition.

Des résultats expérimentaux montrent que l'abaissement de la température de fin de laminage dans la zone biphasée entraîne une diminution de la résilience et une diminution de la température de transition (11 à 13).

Cette évolution est observée dans les essais de résilience pour l'acier AV, sens Long (voir fig. 50).

Cependant, pour l'acier NV, dans les mêmes conditions on peut voir un autre phénomène, c'est-à-dire que l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une diminution de la résilience et une augmentation de la température de transition (voir Fig. 49).

Cette différence ne peut pas être expliquée par l'affinement des grains α, parce qu'après laminage dans la zone biphasée, la taille du grain α ne change presque pas.

Des études ont montré que la texture $\{III\}$<110> développée dans le plan du laminage et la dispersion des précipités sont des paramètres qui favorisent la diminution de la température de transition (43), mais il est difficile d'établir une relation entre ces travaux et les nôtres et entre les résultats obtenus sur l'acier NV et sur l'acier AV. Comme le montre la figure 28, il existe une texture $\{III\}$ qui se développe lorsque la température de fin de laminage diminue. Cette évolution est la même pour l'acier NV et l'acier AV, mais l'évolution de la température de transition en fonction de la température de fin de laminage est tout à fait différente.

D'après EMBURY [50] et MORRISON [51], l'apparition des délaminations avant la rupture de l'éprouvette de résilience favorise la diminution de la température de transition, parce que les délaminations subdivisant l'éprouvette de résilience en plusieurs couches relaxent la triaxialité des contraintes, la température de transition est donc abaissée.

L'expérience montre que les délaminations sont étroitement liées au développement de la texture $\{100\}$ <110>, dans le plan du laminage : plus la texture $\{100\}$ est développée, plus les délaminations sont nombreuses.

Du point de vue des délaminations, on peut facilement expliquer la diminution de la température de transition en fonction de l'abaissement de la température de fin de laminage dans la zone biphasée. Mais pour l'acier NV, il est difficile d'expliquer pourquoi la température de transition augmente lorsque les délaminations se développent.

En effet, il y a deux types de facteurs qui influent sur la température de transition : l'un la fait augmenter (par exemple : dislocations ,

précipitation), l'autre la fait diminuer (par exemple : affinement du grain, délamination, texture). Par conséquent, l'évolution de la température de transition résulte de l'évolution de ces deux types de facteurs en fonction de la température de fin de laminage.

Maintenant en utilisant les résultats obtenus, nous pouvons proposer simplement une analyse qualitative.

Comme le montre le tableau 15, pour l'acier AV, grâce à l'augmentation des durcissements par les dislocations et la précipitation, la limite d'élasticité augmente de 565 N/mm^2 (pour TFL = 780°C) à 613 N/mm^2 (pour 680° C). l'expérience montre qu'une augmentation de la limite d'élasticité de 1 Kg f / mm^2 entraîne une augmentation de la température de transition de 4° C. On peut donc en déduire que l'abaissement de la température de fin de laminage (ici de 780° C à 680° C) entraîne une augmentation de la température de transition de 20° C environ, à cause du développement du durcissement par les dislocations et la précipitation.

D'après la figure 50, en abaissant la température de fin de laminage de 780° C à 680° C, la température de transition baisse de 20° C environ. Ceci signifie qu'il y a une diminution de 40° C due aux délaminations.

On sait que le nombre des délaminations augmente de 4 (pour 780° C) à 8 (pour 680° C). Par conséquent, en augmentant d'une délamination ce nombre, on voit s'abaisser de 10° C la température de transition.

Pour l'acier NV préchauffé à 1180° C, l'abaissement de la température de fin de laminage de 800° C à 700° C n'ajoute qu'une délamination, c'est-à-dire que la diminution due aux délaminations n'est que de 10° C. Cependant, la limite d'élasticité augmente de 485 N/mm^2 (pour 800° C) à 556 N/mm^2 (pour 700° C). Cette augmentation est principalement due aux dislocations et à la précipitation, et elle augmente de 29°C la température de transition.

D'après la figure 49, l'abaissement de la température de fin de laminage de 780° C à 680° C augmente de 32°C la température de transition.

En considérant les 10° de baisse de la température de transition due aux délaminations, la température de transition doit augmenter de 42° C au total. Cela signifie qu'il n'y a que 13° C dont l'origine reste inexpliquée.

Bien que notre analyse soit grossière, elle montre nettement l'importance des délaminations sur l'abaissement de la température de transition et elle nous permet d'expliquer pourquoi l'abaissement de la température de fin de laminage dans la zone biphasée entraîne une diminution de la température de transition pour l'acier AV, et pourquoi pour l'acier NV, la température de transition augmente lorsque la température de fin de laminage diminue.

3.5. Rupture avec délamination

Nous avons discuté ci-dessus l'influence des délaminations sur la température de transition et constaté que les délaminations jouent un rôle particulièrement important dans l'évolution de la température de transition en fonction de la température de fin de laminage.

Comme les délaminations sont un phénomène important pour les tôles de laminage contrôle, il est nécessaire de poursuivre le raisonnement.

La forme de la courbe de Transition est nettement modifiée par les délaminations ; il est possible d'après ce phénomène d'obtenir des renseignements sur les délaminations

(A) Analyse de la courbe de transition

Comme le montre la fig. 32, l'apparition des délaminations modifie la forme de la courbe de transition (en quatre parties). On a constaté que le point de transition (A) correspond à la formation de la première délamination. A cause de l'existence des délaminations, l'énergie du niveau ductile devient fonction de la température d'essai. Cette fonction est en général linéaire ($\frac{\Delta KV}{\Delta T} = \omega$) . D'après nos observations, la constante ω dépend principalement de la composition chimique et peu des conditions de laminage.

En abaissant la température d'essai, on observe le deuxième point de transition (B). Nos examens confirment qu'il correspond à l'apparition des ruptures cristallines sur la rupture principale plutôt qu'à la valeur maximale du nombre et de la dimension des délaminations (52). C'est la rupture cristalline qui fait baisser rapidement l'énergie.

On constate que dans la zone $T_B - T_c$ la vitesse de décroissance de l'énergie en fonction de la température d'essai est liée au nombre des délaminations existant à la température T_B : plus les délaminations sont nombreuses

plus la vitesse est lente (fig. 39) ; comme l'abaissement de la température de fin de laminage entraîne une augmentation du nombre des délaminations qui relaxent la triaxialité des contraintes, la vitesse de décroissance de l'énergie en fonction de la température d'essai devient donc plus lente.

Lorsque la température d'essai baisse à T_c, les délaminations disparaissent et la rupture est entièrement cristalline dans le plan de l'entaille.

Ceci montre de façon évidente que pour étudier la relation entre les délaminations et les autres paramètres, il faut analyser la forme de la courbe de transition dans les domaines $T_A - T_B$ et $T_B - T_c$. Pour cela nous avons choisi les paramètres suivants :

(a) $\Delta T_1 = T_A - T_B$,

(b) $\Delta T_2 - T_B - T_c$,

(c) $\omega = \frac{\Delta KV}{\Delta T}$, dans le domaine $T_A - T_B$,

(d) N - nombre des délaminations à T_B .

Dans nos conditions d'essai, l'influence de la température de 2eme phase sur ces paramètres n'est pas importante, nous les avons donc pris en moyenne. Les résultats des mesures figurent au tableau 16.

Il faut indiquer que dans certains cas, la gamme de températures d'essais n'est pas suffisante pour faire apparaître le point de transition A . Nous l'avons alors déduit de l'évolution de la dimension des délaminations en fonction de la température d'essai.

On voit que l'abaissement de la température de fin de laminage accentue les délaminations et augmente ΔT_1 et ΔT_2.

Avec l'abaissement de la température de fin de laminage, le paramètre ω augmente en sens long et diminue en sens travers. Cela n'est pas difficile à comprendre car pour l'éprouvette sens long, la fissure qui part de l'entaille peut être déviée lorsqu'elle rencontre l'interface de faible cohésion ou la délamination : le front de fissure est émoussé, l'état de tension traixiale dû à l'entaille est relaxé et la fissure est ralentie. Si la première partie de la rupture est fragile, la propagation ultérieure qui nécessite un réamorçage peut être ductile. Cet effet est bien sûr accentué lorsque la température de

fin de laminage entraîne une augmentation de l'interface de faible adhésion et du nombre des délaminations.

Au contraire, pour l'éprouvette sens travers, en augmentant l'interface de faible cohésion et les délaminations par l'abaissement de la température de fin de laminage, la propagation de la fissure principale le long de la direction de laminage devient facile, la valeur de ω doit donc augmenter.

Cependant, on ne peut pas expliquer la grande différence de ω entre les aciers NV et AV uniquement avec les délaminations. Il faut faire appel à l'influence de la composition chimique.

(B) Influence de la teneur en soufre

Dans la composition chimique, le soufre a un effet important sur les délaminations. L'expérience montre que dans les aciers classiques à structure ferrito-perlitique, les délaminations sont associées à la présence de couches de sulfures allongés (53). Pour les aciers issus d'un laminage contrôlé, le soufre joue également un rôle important bien qu'il ne soit pas un paramètre unique dans la formation des délaminations. On peut donc penser qu'il existe une relation entre la teneur en soufre et le paramètre ω dans le domaine $T_A - T_B$ de la courbe de transition.

Nos observations montrent que dans les mêmes conditions de laminage contrôlé, avec l'augmentation de la teneur en soufre, le nombre des délaminations augmente tandis que leur profondeur et dimensions ainsi que la valeur de ω diminuent. Pour une teneur en soufre normale (0.015 %), les délaminations sont peu marquées en sens long et absentes en sens travers (54), car les cavités formées sur les alignements de sulfures se rejoignent plus facilement sous l'action de la contrainte directe le long de la fibre tendue, que ne s'ouvrent des fissures de clivage sous l'action de la contrainte plus faible induite par la triaxialité perpendiculairement au plan de laminage. Dans ce cas, le niveau ductile est pratiquement indépendant de la température d'essai et la valeur de ω doit être zéro. La courbe de transition est donc proche de la forme (2) (fig. 32).

Pour établir une relation entre la teneur en soufre et la valeur de ω nous avons utilisé les résultats obtenus par LE BON et ROESCH[54] qui figurent au tableau 17.

Comme le montre la fig. 51, la valeur de ω diminue régulièrement avec l'augmentation de la teneur en soufre aussi bien en sens long qu'en sens travers, et la relation entre eux est linéaire.

Cela montre de façon évidente que dans le domaine $T_A - T_B$, la valeur ω est principalement contrôlée par la teneur en soufre.

(C) Influence de la texture

Comme le montre le tableau 16 , , en abaissant la température de fin de laminage, ΔT_1, ΔT_2 et n augmentent, et la relation entre ces deux paramètres est régulière : en augmentant d'une délamination ce nombre, on peut augmenter ΔT_1 de 4° C environ et ΔT_2 de 8° C environ pour le sens long. Pour le sens travers, nous n'avons que des résultats pour l'acier NV : l'augmentation d'une délamination entraîne une augmentation de ΔT_1 de 8° C et de ΔT_2 de 13° C.

L'expérience montre que le développement de la texture $\{100\}$ dans le plan du laminage favorise la formation des délaminations. On peut donc penser que l'évolution de ΔT_1 et ΔT_2 en fonction de la température de fin de laminage dépend du développement de la texture $\{100\}$.

Les figures 52 et 53 montrent l'influence du coefficient de texture $\{100\}$ sur ΔT_1 , ΔT_2 et n pour l'acier AV et l'acier NV. on peut remarquer que :

(a) en développant la texture $\{100\}$ grâce à l'abaissement de la température de fin de laminage, les paramètres ΔT_1, ΔT_2 et n augmentent proportionnellement ;

(b) l'influence de la texture $\{100\}$ sur ΔT_2 est plus sensible que sur ΔT_1.

Ceci signifie qu'après fin de laminage dans la zone biphasée, la texture $\{100\}$ joue un rôle important dans le domaine $T_B - T_c$.

(D) Mécanisme de délamination

Comme nous l'avons dit ci-dessus, la formation d'une délamination comprend normalement trois étapes : germination des cavités sur l'interface de faible cohésion; leur extension et propagation des délaminations dans le plan de laminage. Mais jusqu'à maintenant, le mécanisme responsable de la formation de décohésion dans le plan de laminage n'est pas identifié avec précision.

Les observations faites par LE BON et ROESCH [54] dans différents aciers montrent qu'il n'y a pas un mécanisme unique responsable de la faible

cohésion du plan de laminage des tôles présentant des délaminations. Suivant les aciers, les conditions de laminage et de refroidissement et les conditions d'essai, l'amorçage de la délamination peut être lié aux inclusions, à des réseaux de carbures ou à des films de précipité aux joints de grains, à une ségrégation aux joints α et γ, à l'existence de certaines orientations préférentielles.

Nos examens micrographiques nous ont permis de constater que pour l'acier NV ayant une faible teneur en S, la germination des délaminations se forment préférentiellement à l'interface de la ferrite et la perlite (fig. 54).

Comme le montre la fig. 54 avant que la délamination apparaisse, la ferrite est fortement déformée. Ceci indique que la déformation se produit d'abord dans la ferrite. Pendant la déformation, l'interface de la ferrite et de la perlite restreint le glissement et conduit à une concentration locale des contraintes. Lorsque la contrainte se développe jusqu'à un niveau supérieur ou égale à la contrainte de rupture de la lame de cémentite ou à la contrainte de cohésion de l'interface de la ferrite et de la perlite, les germes de délaminations se forment en raison de la décohésion de l'interface de la ferrite et de la perlite ou de la rupture des lamelles de cémentite. Leur extension dans le plan de laminage se fait exclusivement par clivage, (fig. 55).

Pour l'acier AV ayant une teneur plus élevée en soufre, les délaminations se forment principalement sur les sulfures allongés (fig. 56), mais leur extension dans le plan de laminage ne se fait pas par clivage exclusivement. D'après nos observations, il existe deux mécanismes d'extension : extension par clivage (fig. 57) et extension le long des sulfures allongés (fig. 58). On voit sur la figure 56 que les trous formés sur les alignements des sulfures subdivisent l'éprouvette en un très grand nombre de "couches" dont la rupture se fait par cisaillement (voir la fig. 58). Evidemment, si l'acier ayant une teneur élevée en soufre subit un cycle de laminage contrôlé très sévère, le mécanisme d'extension le long des sulfures allongés deviendra prépondérant.

Chapitre 4 : CONCLUSIONS

Nous avons utilisé une machine de torsion à chaud et un laminoir trio expérimental pour étudier systématiquement l'évolution des structures et des propriétés mécaniques de deux aciers au Nb - V en fonction de la température de préchauffage et des températures de 2e et de 3e phase pendant un laminage contrôlé de type 3 phases. Les résultats obtenus sont les suivants :

(1) La croissance du grain austénitique pendant le préchauffage à haute température suit une loi exponentielle. La relation entre la taille moyenne du grain (d) et la durée de maintien (t) à cette température s'exprime de la façon suivante : $d = At^n$ (d en µm et t en heure). Pour l'acier NV préchauffé à 1 180° et 1 280 °C, on a trouvé respectivement A = 67, n = 0,31 et A = 200, n = 0,19. Pour l'acier AV préchauffé à 1 180° et 1 280 °C respectivement A = 56, n = 0,31 et A = 114 et n = 0,24.

(2) Le choix de la température de 2e phase dépend de la température de préchauffage. On constate qu'il faut effectuer la 2e phase dans la zone de recristallisation, lorsque la température de préchauffage est élevée. Dans ce cas, l'affinement du grain par recristallisation est efficace, on peut obtenir une bonne structure austénitique fine et homogène avant la transformation. Lorsque la température de préchauffage est basse, il est préférable d'effectuer la 2e phase dans une zone de non-recristallisation pour écrouir au maximum les grains auténitiques puisque ceux-ci sont déjà fins. Après la 3e phase et la transformation, on obtient une structure α finale très fine et homogène, et les propriétés mécaniques sont donc élevées.

L'examen métallographique montre que pour pouvoir effectuer la 2e phase dans la zone de non-recristallisation, la taille du grain issu de la première phase doit être inférieure à 30 µm, si ce critère n'est pas respecté, la structure finale obtenue est hétérogène.

En fonction de la température de la 2e phase, l'évolution du grain austénitique et de Ar_3 permettent de montrer que la température de recristallisation augmente de 30 °C environ si la température de préchauffage passe de 1 180 °C à 1 280 °C (teneur plus importante en Nb soluble).

(3) L'influence de l'état de l'austénite sur la transformation γ - α est très importante. Les résultats obtenus nous ont permis d'établir une relation entre A_{r3} et dγ non écroui :

$$A_{r3} = A_o + K_r \, d\gamma^{-1} \quad \text{en °C}$$

avec A_o = 660 °C et K_r = 1.63 °C mm pour l'acier NV.

Cette relation est considérée comme physique, puisque $d\gamma^{-1}$ a la dimension d'un rapport surface/volume.

En utilisant les résultats expérimentaux, nous avons aussi établi une relation empirique entre A^*_{r3} et la déformation (ε) à taille de grain constante :

$$A^*_{r3} = A_{r3} + B\varepsilon^{\alpha} \quad \text{en °C}$$

...

Pour l'acier NV, on a trouvé $B = 50$. $\alpha = 0.51$ pour $\bar{d}_\gamma = 30$ µm, et $B = 86$, $\alpha = 0,57$ pour $\bar{d}_\gamma = 62.5\,\mu m$.

Bien que cette équation n'ait pas de justification théorique, on a ainsi une manière commode de calculer la variation de A^*_{r3} à taille de grain constante.

(4) Nous avons mis en évidence deux mécanismes de transformation qui apparaissent successivement lorsque la déformation croît :

- une activation importante des sites de germination α sur les joints de grains lorsque la déformation est faible
- l'apparition de bandes de déformation qui commence à $\varepsilon = 0,2$ environ, d'autant plus facilement et d'autant plus nombreuses que le grain est gros, mais ces interfaces ne sont pas immédiatement activables pour la germination α
- l'activation de site de germination α sur les bandes de déformation lorsque la déformation est grande : $\varepsilon \geqslant 0.8$ pour le grain de 62.5 µm et $\varepsilon > 1$ pour le grain de 30 µm.

(5) Pour les aciers au Nb-V étudiés, la relation entre la limite d'élasticité (σ_y) et la taille moyenne du grain α suit la loi de Hall - Petch : $\sigma_y = \sigma_o + K_y\ d^{-\frac{1}{2}}$ avec $K_y = 18,5\ N/mm^{\frac{3}{2}}$, indépendamment de la nuance et des conditions du laminage. Ceci signifie que pour le même type d'acier, l'effet de durcissement par affinement du grain doit être le même.

Le calcul des effets du durcissement nous a montré que la formule $\sigma_o = \sigma_i + \sigma_s + \sigma_d + \sigma_p + \sigma_t + CK_sL^{-m}$ généralement utilisée ne convient pas pour les aciers que nous avons étudiés.

Pour exprimer la limite d'élasticité mesurée et la valeur de σ_o obtenue par la loi de Hall - Petch ainsi que leur évolution en fonction des conditions du laminage contrôlé, nous retenons dans cette étude une formule du type :

$$\sigma_o = \left[\sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 + (CK_sL^{-m})^2\right]^{\frac{1}{2}}$$

pour les aciers à faible teneur en carbone (< 0,1 % C) et les formules de type :

$$\sigma_o = \left[\sigma_i^2 + \sigma_s^2 + \sigma_d^2 + \sigma_p^2 + (CK_sL^{-m})^2\right]^{\frac{1}{2}} + \sigma_{per}$$

et $\sigma_y = \sigma_o + \beta\ K_y\ d^{-\frac{1}{2}}$

pour les aciers contenant une fraction volumique élevée de perlite.

Bien que ces formules ne soient pas thoériquement justifiées, elles nous permettent d'obtenir des valeurs calculées de σ_o et de σ_y qui sont en accord excellent avec σ_o et σ_y mesurées.

Les résultats obtenus confirment que dans les conditions d'essai de cette étude, les durcissements par affinement du grain et par précipitation sont les deux composantes les plus importantes de la limite d'élasticité. Cependant, l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température de fin de

...

laminage dans la zone biphasée dépend principalement des durcissements par les dislocations et la précipitation.

(6) Pour les aciers étudiés préchauffés à 1 180 °C, nous avons trouvé que la relation entre la température de transition (T_c) et la taille moyenne du grain α suit la loi de Cottrell- Petch :

$$T_c = T_c^\circ - A \log d^{-\frac{1}{2}}$$

avec A = 500 °C, indépendamment de la nuance et des conditions du laminage.

La température de transition est la résultante de plusieurs facteurs. Pour les aciers NV et AV, l'évolution de T_c et T_c° en fonction de la température de fin de laminage dépend principalement des dislocations, de la précipitation et des délaminations. Les deux premiers facteurs les font augmenter ; le troisième les fait diminuer. Nous avons trouvé que les délaminations jouent un rôle particulièrement important dans l'évolution de la température de transition de l'acier AV. Grâce à leur effet important, T_c et T_c° diminuent avec l'abaissement de la température de fin de laminage. Par contre, pour l'acier NV, l'effet des délaminations est moins important que celui des dislocations et de la précipitation, T_c et T_c° augmentent lorsque l'on abaisse la température de fin de laminage.

(7) L'apparition des délaminations donne à la courbe de transition une forme que l'on peut décomposer en quatre parties. En analysant cette courbe, nous avons constaté que pour les aciers que nous avons étudiés, les délaminations dépendent principalement de la texture {100} dans le plan du laminage, de la teneur en soufre ainsi que de la température d'essai de la résilience. A teneur en soufre constante, plus la texture {100} est intense, plus le nombre des délaminations augmente. De même, en gardant la même intensité de texture, l'augmentation de la teneur en soufre entraîne une augmentation du nombre des délaminations, mais leur profondeur et dimension diminuent.

De plus, nous avons trouvé que dans la zone $T_A - T_B$ de la courbe de transition, la vitesse d'abaissement du niveau d'énergie avec la température d'essai $\left(\omega = \frac{\Delta KV}{\Delta T_i}\right)$ augmente lorsque la teneur en soufre diminue. Mais dans la zone $T_B - T_C$, la vitesse d'abaissement du niveau d'énergie dépend du nombre de délaminations : plus le nombre de délaminations existantes à T_B est grand, plus cette vitesse est lente.

oOo

...

BIBLIOGRAPHIE

(1) Hall, E. O., Proc. Phys. Soc. B 64 (1951) - 742

(2) Pelch, N. J., Journal Iron and Steel Institute, (1953), vol. 174, p. 25

(3) Cottrell, A. H., Trans. AIME, (1958), 212, p. 192

(4) Petch, N. J., "Fracture" Ed. by B. L. Averbach, etc, (1959), p. 54

(5) Le Bon, A. de Saint-Martin, L. N. "Micro alloying 75" (1975), p. 90 - 99

(6) Orowan, E. "Symposium on internal stresses in metals and alloy", Institute of Metals, London (1948), p. 451

(7) Ashby, M. F., "Oxide dispersion strengthening", Ed. by Ansell, G. S. Cooper, T. D. and Lenel, F. V. Gordon and Breach, New York, (1968), p. 143

(8) Ashby, M., Z. Metallk., 55 (1964), 5

(9) Le Bon, A., Revue de métallurgie (1980) n^{os} 8 - 9, p. 245

(10) Räsänen, E. Alasaarela, P. Mielitynen, K., Metals technology (1977), 4, n° 11, p. 509

(11) Tanaka, T., Hatamura, T. et coll., Kawasaki Giho (Revue technique de Kawasaki steel), (1974), 6, p. 522

(12) Tanaka, T. Tabata, N. Hatamura, T. and Shiga, C., "Microalloying 75" (1977), p. 120

(13) Tanaka, T. Hatamura, T. et coll., Tetsu to Hagané (1974), 60, S 561

(14) Yamaguchi, T. Taire, T. et Hirabayashi, H., Nippon Kokan Techn. Rep. Overseas 19 (1974), 41

(15) Hawkins, D. N., Met. Techn. 3 (1976), 417

(16) Gladman, T. Dulieu, D. and Mclvor, I. D. "Microalloying 75" (1977), p. 32

(17) Tanaka, T. Tabata, N. Hatamura, T. and Shiga, C. Ibid, (1977), p. 107

(18) Lin Dong-Liang, Acta Metallurgica Sinica, (1978), vol. 14, n° 4, p. 323

(19) Baker, T. N., "Sheffield international conf. on hot working and forming processes" (1979), 1, p. 4.1

(20) Kosik, O. Alson, D. J. and Jonas, J. J., Journal iron and steel institute (1971), 209, p. 624

...

(21) Mangonon, P. L. and Heitmann, W. E., "Microalloying 75" (1977), p. 59

(22) Irvine, J. and Baker,T.N. "Proc. 4th Int. Conf. strength of metals and alloys" (1976), 2, p. 679

(23) Truckner, W. G. and Mikkola, D. E., Met. Trans. A (1977), 8 A, p. 45

(24) Ham, P. K., Phil. Mag., (1961), 6, p. 1 183

(25) Lin, T. L. and Mc Lean, D., Metal Sci. J., (1968), 2. 108

(26) Müeller, M. H. Chernock, W. P. and Beck, Paul A., Trans. AIME, (1958), 212, p. 39

(27) Miller, O. O., Trans. ASM, (1951), 43, p. 260

(28) Nishida, M. Kato, T. Ohashi, N. and Mori, T., Tetsu to Hagané (1977), 63, n° 7, p. 1 116

(29) Irvine, K. J. Pickering, F. B. and Gladman, T., Journal iron and steel institute (1967), 205, n° 2, p. 161

(30) Joannes, G., Le Bon, A., Sun Fu-Yu, "Utilisation d'une sonde perméamètre sur le laminoir trio. Application à la détermination de la variation de Ar_3^* avec l'écrouissage de l'austénite dans des conditions simulatives du laminage contrôlé" Rapport IRSID L.S.F. 4 751 ALB/NG 95 93 6020 (1981)

(31) Kozasu, I. Ouchi, C. Sampei, T. and Tomoyoshi, O., "Microalloying 75" (1977), p. 120

(32) Roberts, W. Lidefelt, H and Sandberg, A., "Sheffield Int. Conf. on hot working and forming processes" (1979), p. 38.

(33) Hu Hsun, Trans. AIME (1962), 224, p. 75

(34) Li, J. C. M. J. Appl. Phys. (1962), 33, p. 2 958

(35) Hodgson, D. E. Tetelman, A. S., "Proc. of the second international conference on fracture" (1969), p. 266

(36) Cox, T. B. and Low., J. B., Met. Trans., 5 (1974), 1 457

(37) Le Bon, A., "Les traitements thermomécaniques à haute température" Rapport IRSID RFP 199 (1977)

(38) Le Bon, A., Sun Fu-Yu, "Influence des conditions de mise en forme à chaud sur les conditions de transformation allotropique et la structure finale d'un acier Nb-V" - Rapport IRSID L. S. F. 4 834 ALB/NG 95 30 1200

(39) Priestner, R., Revue de métallurgie, (1975), n° 4, p. 285

(40) Underwood, E. E., "Quantitative microscopy" Mac Graw-Hill Editor, New York

(41) Priestner, R. de los Rios, E., Metals technology (1980) p. 309

...

(42) Little, J. M. Chapman, J. A. Morrison, W. B. and Mintz, B., "Proceedings 3rd international conf. on the strength of metals and alloys, London, The Institute of Metals/Iron and Steel Institute - Publication (1973) vol. 1. n° 36, p. 80 - 84

(43) Bramfitt, R. L. and Marder, A. R., "Proceedings of the conf." Processing and properties of low - carbon steel AIME (1973), p. 191 - 224

(44) Christ, B. W. and Smith, G. V., Acta. Met. 15 (1967) 809.

(45) Pickering, F. B. and Gladman, T., "Metallurgical development in carbo steel" 10 (1963), London, The Iron and Steel Inst.

(46) Keh, A. S., Phil. Mag. 12 (1965), 9

(47) Mintz, B. and Dyson, D. J., Private communication

(48) Pickering, F. B., "Towards improved toughness and ductility", Climax Molybdenum Co. Symp. Kyoto (1971), 9

(49) Gladman, T. and Pickering, F. B., Journal Iron and Steel Inst., 203, (1965), 1 212

(50) Embury, J. D. Petch, N. J. Wraith, A. E. and Wright, E. S., Trans. Met. Soc. AIME, 239 (1967), 114

(51) Morrison, W. B., Met. Tech. 2, (1975), 33

(52) Cours à la mémoire de M. Nishiyama, n^{os} 36 - 37, "Diverses propriétés des tôles fortes"

(53) Kozasu, I. et Kubota, H., I.S.I.J. 11 (1971), 321

(54) Le Bon, A. et Roesch, L., "Etude des ruptures avec délaminations dans les tôles de laminage contrôlé" - Rapport IRSID RI 692

A N N E X E

Machine IRSID de simulation en torsion

La photo 2 montre la machine de torsion IRSID que nous avons utilisée pour effectuer les essais de simulation.

Cette machine, conçue en 1975 et modernisée depuis, permet de réaliser non seulement les essais de torsion les plus simples (déformation unique) mais aussi les simulations de laminage les plus complètes (train à tôle forte, train à bande, train à fil) dans de très bonnes conditions de fiabilité et de souplesse d'emploi. Elle permet aussi d'étudier l'évolution des structures métallurgiques.

Les divers éléments mécaniques sont rassemblés sur un banc. L'énergie nécessaire à la déformation est imposée par un moteur à courant continu ventilé et à rotor imprimé de 9 kW donnant un couple de 10 N.m pratiquement constant en fonction de la vitesse qui est continûment variable de 0 à 3000 trs/min. A la sortie de ce moteur, il y a deux réducteurs de vitesse : un réducteur mécanique à engrenages et un réducteur à train épicycloïdal qui sont utilisés pour les essais à basse vitesse.

Un système symétrique électropneumatique à fort couple (250 à 300 N.m) et réponse rapide (0,1 sec) permet de mettre une tête de l'éprouvette en rotation (embrayage) ou de faire cesser très rapidement cette rotation (frein).

L'éprouvette est chauffée dans un enroulement alimenté par un générateur haute fréquence (150 KHz) de 10 kW (photo 3).

Pour éviter l'oxydation, l'éprouvette est protégée par un tube de quartz transparent qui est balayé à l'intérieur par un faible courant de gaz protecteur (le plus souvent de l'argon NERTAL détendu avec un débit de 2 l/min).

La température est mesurée par un pyromètre optique bicolore à cellules au Si visant l'éprouvette à travers le tube de quartz et entre deux spires de l'enroulement. La gamme 550 - 1400°C est couverte en trois échelles.

La loi de température en fonction du temps correspondant à un essai est asservie par un système PID et tracée sur un enregistreur.

L'expérience montre que la loi de refroidissement de l'éprouvette de torsion de type IRSID (c'est-à-dire Ø = 6 mm - L = 50 mm) quand on maintient

...

le faible débit d'argon, HF coupé, correspond à celle d'une tôle (infinie) de 5 mm à l'air calme.

Pour des refroidissements imposés plus rapides, il est possible, HF coupé, de jouer sur le débit du gaz de protection (jusqu'à 30 °C/s pour l'argon et jusqu'à 100 °C/s pour l'hélium suivant les débits).

Il est également possible de tremper l'éprouvette à l'eau. Cette dernière est contenue dans une chambre et envoyée à l'intérieur du tube de silice par un piston mû par l'air comprimé (à 6 bars) à l'instant choisi. Les vitesses de refroidissement atteintes sont de l'ordre de 1 000 °C/s ce qui est plus que suffisant pour stopper toute évolution métallurgique et pour obtenir des structures type bainite ou martensite sur de nombreux aciers.

La machine est équipée d'une plate-forme de mesure à quartz piezoélectrique dont les courants sont amplifiés pour mesurer les différents efforts (couple - effort axial) à tout moment. Il est nécessaire de connaître à tout moment la déformation correspondant à ce couple instantané. Cette mesure de déformation est réalisée par une roue crantée qui coupe le faisceau d'une cellule photoélectrique. Cette roue est solidaire du mors mobile entraînant l'éprouvette. Sa définition est de 0,05 tr, ce qui correspond à un cisaillement de 0,01885 (ε équivalent en laminage : 0,00946) à la périphérie de l'éprouvette.

Les signaux (couple et déformation) sont utilisés de deux manières : enregistrement sur un enregistreur UV à réponse rapide (galvanomètres et papier photosensible), digitalisation du couple par un convertisseur analogique numérique et mémorisation à chaque incrément de 0,05 tr de la déformation dans la mémoire centrale de l'ordinateur qui pilote la machine.

La simulation du laminage à chaud qui suppose le suivi d'une loi température - temps et d'une loi déformation - temps est assez compliquée. Elle demande en effet un séquencement complet des événements en fonction du temps. Ces événements pouvant être la mise en route ou l'arrêt de l'enregistreur UV, la commande de l'embrayage, la commande indépendante du frein, la trempe avec arrêt simultané de la haute fréquence, etc.

Pour effectuer le déroulement d'un essai de simulation et assurer l'acquisition des données obtenues, la machine de torsion est équipée d'un PDP 11/10 de 24 Kmots de 16 bits avec comme périphériques une imprimante rapide (300 bands), deux lecteurs de disques souples et une interface spécialisée dans les applications de laboratoire (comprenant 8 entrées analogiques, deux triggers pour déclenchement sur événements extérieurs, deux horloges internes programmables et un registre de 16 sorties numériques au niveau logique TTL 5V).

Un programme assembleur nommé TORSAC (torsion - acquisition - commande) qui répond au problème particulier a été développé. En utilisant ce programme, le déroulement de l'essai devient totalement automatique.

...

Après l'essai, le programme convertit les valeurs stockées en binaire en une forme entière base 10, sépare les diverses passes en testant les temps, donne un format commode à toutes ces données et les transfère sur l'imprimante pour contrôle par l'opérateur. En même temps les données sont transférées, sous forme ASCII, sur une disquette qui sera traitée au centre de calcul pour le dépouillement complet et le tracé des courbes (couple, taux, taux moyen), par l'intermédiaire d'un programme Fortran.

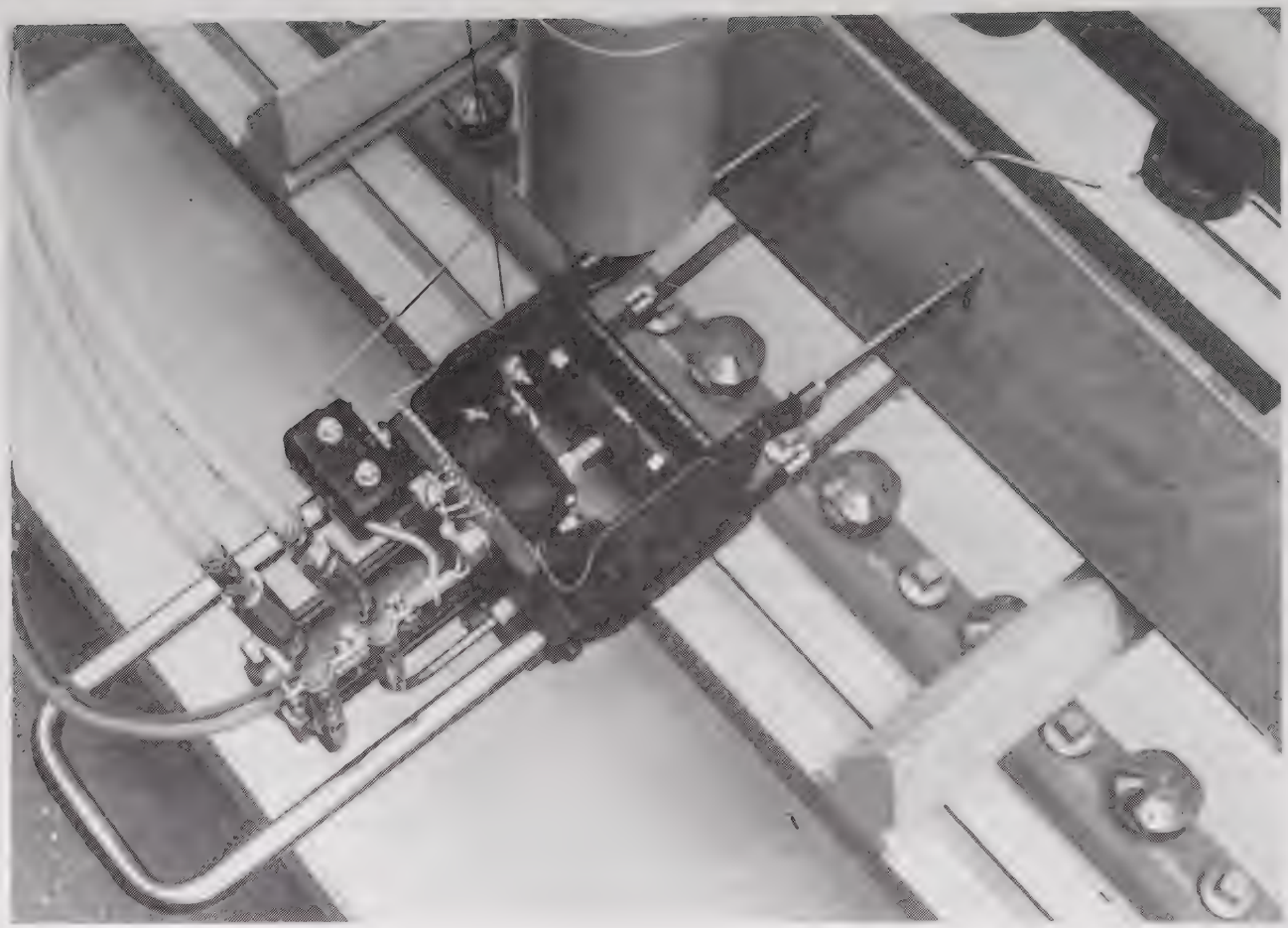


PHOTO 1 - Pince dilatométrique en position de mesure sur un larget (on aperçoit le thermocouple en haut et à droite).

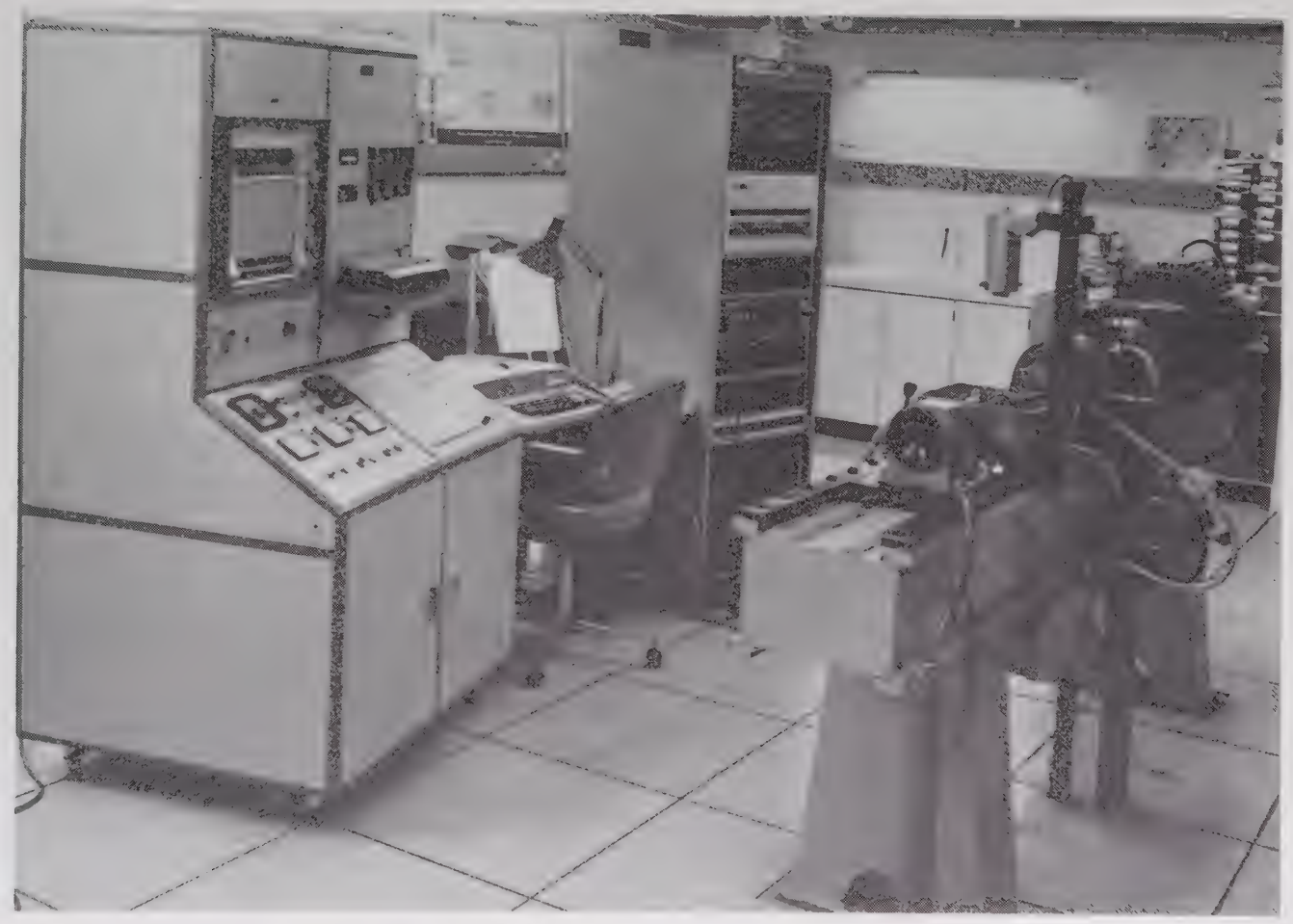


PHOTO 2 - Vue d'ensemble de la machine de torsion.

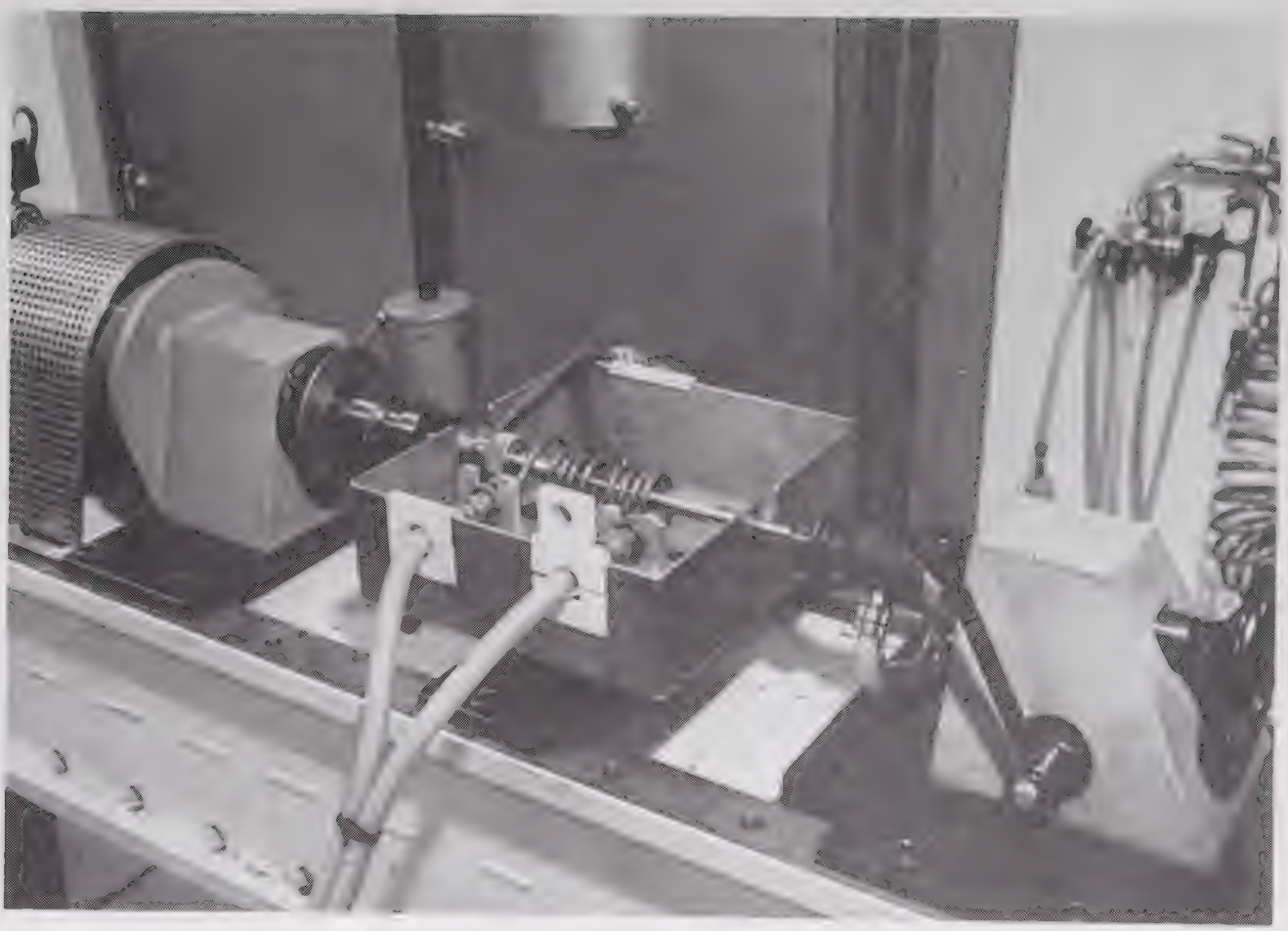


PHOTO 3 - Vue de détail (de gauche à droite : embrayage, tête d'entraînement, éprouvette et four HF, dynamomètre sur le palier de mesure).

TABLEAU I - Composition chimique des aciers (pour cent en poids)

Repère	C	Mn	Si	Nb	V	S	P	Ni	Cr	Cu	Al	N_2
NV	0,094	1,53	0,270	0,052	0,057	0,004	0,0195	0,033	0,023	0,012	0,041	0,0095
AV	0,197	1,52	0,302	0,029	0,094	0,012	0,0199	0,034	0,013	0,017	0,060	0,0105

TABLEAU 2 - Schéma de laminage

Phase	Passe	Epaisseur (mm)	Largeur (mm)	Longueur (mm)	Temps (s)	Température (°C)	Réduction ρ (%)	Déformation rationnelle ε
		70.0	70.0	200.0	0	1180 ou 1280	-	-
1	1				10	1158 ou 1252	20	0,26
		56.0	74.7	234.4				
2	2				t_1	A	21.4	0,28
		44.0	78.7	283.1				
	3				$t_1 + 10$	-	18.2	0,23
3		36.0	81.3	334.7				
	4				t_2	B	32.8	0,46
		24.2	85.3	474.9				
	5				$t_2 + 10$	-	30.2	0,42
		16.9	87.7	661.2				
	6				$t_2 + 20$	-	29.0	0,40
		12.0	89.3	914.2				

TABLEAU 3 - Température moyenne (selon modèle).

Rang de la passe	ρ (%)	e (mm)	TEMPERATURE DE PRECHAUFFAGE																					
			1 180 °C										1 280 °C											
			t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C	t (sec)	T°C
		30	10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10	
1	20	24		1145		1145		1145		1145		1145		1235		1235		1235		1235		1235		1235
			109		79,5		54,3		33		15		130		100		75		53		35		19,5	
2	30	17		871		925		980		1035		1091		871		925		980		1035		1091		1148
			10		10		10		10		10		10		10		10		10		10		10	
3	30	12		850		900		950		1000		1050		850		900		950		1000		1050		1100

TABLEAU 4 - Schéma de simulation pour examiner Ar3 en fonction de la taille du grain austénitique

Rang de passe	Epaisseur (mm)	Réduction ρ (%)	Tour de torsion (N)	1 180 °C		1 280 °C	
				Δt (s)	T °C	Δt (s)	T °C
	30				1 180		1 280
				10		10	
1		20	0,85		1 145		1 235
	24			35		20	
2		30	1,30		1 080		1 140
	47			10		10	
3		30	1,30		1 050		1 120
	12						

TABLEAU 5 : Conditions des essais de torsion

Préchauffage	15 mn à 1 180 °C
Vitesse de déformation	1 000 tr/mn $\dot{\varepsilon} = 3.2\ s^{-1}$
Ire phase	T_1 = 1 172 °C, T_2 = 1 150 °C 12 passes ρ_1 = 60 %
IIe phase	(1) T_4 = 1 000 °C, ε_2 = 25 ∿ 67 % (2) ρ_2 = 50 % T_4 = 1 140 ∿ 830 °C
IIIe phase	T_6 (TFL) = 830 °C ou 780 °C, 725 °C ρ_3 = 66 % 11 passes
Vitesse de refroidis. entre les phases et après IIIe phase	naturel

TABLEAU 6 - Résultats obtenus

Température de préchauffage (°C)	T(°C) de la 2e phase	$d\gamma$ (µm)	$d\alpha$ (µm)	Ar_3 (°C)
1 180 °C	1 090	23,0	13,8	735
	1 020	21,5	13,1	739
	950	21,0	12,1	748
	930	22,0	-	-
	915	29,3	10,5	763
	850	30,0	10,2	769
1 280 °C	1 120	33,3	18,5	726
	1 080	31,7	18,0	737
	1 020	30,5	17,7	740
	1 000	31,0	-	-
	980	35,0	-	-
	960	56,0	16,5	754
	910	61,0	13,2	752
	850	62,5	12,0	761

TABLEAU 7 - Densité linéaire de bandes de déformation (n) et variation relative de la surface de joint de grain par unité de volume ($\Delta S_{v.g}$) en fonction de la déformation.

N tr	ε	Ar_3^* (°C)		n (N/mm)		$\Delta S_{v.g} = \frac{S_{v.g}^{allon.} - S_v^\circ}{S_v^\circ}$ (%)	
		1 180 °C	1 280 °C	1 180 °C	1 280 °C	1 180 °C	1 280 °C
0	0	713	680	0	0	0	0
1	0,22	741	720	0	1	3	1
2	0,44	755	745	1	2,5	6,7	4
3	0,65	765	755	2,5	4,6	8,0	5,6
4	0,87	773	765	6,7	-	13,0	-
5	1,09	778	770	12,7	16,7	20,7	17
7	1,52	782	775	16,5	18,0	-	45,5

TABLEAU 8 - Taille moyenne du grain ferritique (µm)

Nuance	Température de préchauffage (°C)	T F L (°C)	Température de la 2e phase (°C)				
			1 100	1 050	1 000	950	900
NV	1 180	800	5.4	5.3	5.1	5.0	4.3
		750	4.5	4.7	4.6	4.3	4.0
		700	4.9	4.8	4.4	4.6	4.7
AV	1 180	780	5.6	5.2	5.3	5.2	5.1
		730	5.3	5.2	5.1	5.1	5.1
		680	5.8	5.7	5.5	5.2	5.0
NV	1 280	770	6.2	6.1	7.0	7.7	6.7
		730	6.3	6.0	7.0	7.2	6.4
		690	6.0	5.8	6.5	7.2	7.5

TABLEAU 9 - Densité de dislocations

ACIER N V					ACIER A V	
T F L (°C)	Densité de dislocations ρ (cm^{-2})				T F L (°C)	Densité de dislocations ρ (cm^{-2})
	sens long	sens traverse	T°C 2e phase 950 °C	T°C 2e phase 1 000 °C		
800	0.9×10^{10}	0.8×10^{10}	0.9×10^{10}	0.7×10^{10}	780	0.6×10^{10}
750	1.7×10^{10}	1.5×10^{10}	1.7×10^{10}	1.4×10^{10}	730	1.4×10^{10}
700	2.3×10^{10}	2.4×10^{10}	2.3×10^{10}	2.1×10^{10}	680	1.6×10^{10}

TABLEAU 10 - Coefficient de texture de l'acier NV

T F L (°C)	T (°C) 2e phase	Surface du laminage					Sens long					Sens travers				
		(110)	(200)	(112)	(130)	(222)	(110)	(200)	(112)	(130)	(222)	(110)	(200)	(112)	(130)	(222)
800	1 100	0.82	1.20	1.09	0.71	1.18	1.36	0.89	1.10	0.78	0.86	2.00	1.08	0.90	0.70	0.31
	1 050	0.34	1.64	1.35	0.48	1.19	1.38	0.88	1.09	0.78	0.88	2.28	1.04	0.76	0.67	0.24
	1 000	0.39	1.53	1.35	0.55	1.19	1.40	0.89	1.06	0.78	0.87	2.39	1.04	0.75	0.64	0.17
	950	0.67	1.57	1.17	0.60	1.19	1.44	0.80	1.07	0.70	0.99	2.54	1.00	0.70	0.59	0.18
	900	0.37	1.47	1.35	0.39	0.99	1.45	0.82	1.02	0.66	1.04	2.64	1.04	0.55	0.60	0.17
750	1 100	0.17	2.20	0.99	0.41	1.23	1.66	0.77	1.02	0.66	0.90	2.35	1.25	0.56	0.74	0.09
	1 050	0.50	1.65	0.97	0.53	1.35	1.53	0.80	1.05	0.71	0.92	2.47	1.22	0.56	0.73	0.01
	1 000	0.21	2.08	0.93	0.43	1.35	1.65	0.80	1.03	0.64	0.88	2.45	1.27	0.50	0.75	0.03
	950	0.04	2.44	1.11	0.12	1.29	1.76	0.66	1.00	0.59	0.98	3.02	1.01	0.40	0.53	0.05
	900	0.28	1.91	1.04	0.30	1.46	1.67	0.78	1.01	0.62	0.91	2.62	1.20	0.46	0.65	0.08
700	1 100	0.69	1.65	0.83	1.13	0.71	1.72	0.68	1.03	0.61	0.96	2.18	1.29	0.81	0.70	0.01
	1 050	0.20	2.11	1.03	0.28	1.39	1.78	0.70	1.00	0.61	0.91	2.93	1.01	0.41	0.56	0.09
	1 000	0.33	2.40	0.95	0.37	0.94	1.70	0.78	0.98	0.60	0.94	2.65	1.05	0.56	0.67	0.07
	950	0.08	2.20	1.04	0.23	1.44	1.78	0.64	1.00	0.61	0.98	2.75	1.13	0.47	0.59	0.07
	900	0.13	2.43	0.97	0.31	1.17	1.75	0.65	1.01	0.60	0.99	2.20	1.36	0.55	0.79	0.11

TABLEAU 11 - Coefficient de texture de l'acier AV

T F L (°C)	T (°C) 2e phase	Surface du laminage					Sens long					Sens travers				
		(110)	(200)	(112)	(130)	(222)	(110)	(200)	(112)	(130)	(222)	(110)	(200)	(112)	(130)	(222)
	1 100	0.54	1.67	1.29	0.54	0.96	1.65	1.05	0.93	0.59	0.78	2.07	1.18	0.83	0.68	0.25
	1 050	0.74	1.69	1.01	0.68	0.88	1.57	1.08	0.88	0.60	0.84	2.42	1.04	0.71	0.62	0.21
780	1 000	0.54	1.65	1.31	0.50	1.00	1.63	1.14	0.94	0.58	0.71	2.11	1.23	0.78	0.65	0.22
	950	0.59	1.58	1.35	0.49	0.99	1.46	1.05	0.86	0.57	1.05	2.40	1.11	0.68	0.63	0.18
	900	0.47	1.63	1.25	0.64	1.01	1.60	1.07	0.89	0.57	0.87	2.62	1.17	0.59	0.62	0
	1 100	0.35	2.21	0.88	0.55	1.01	1.51	1.01	1.01	0.49	0.98	2.25	1.18	0.65	0.68	0.24
	1 050	0.28	2.12	1.17	0.38	1.05	1.69	0.87	0.80	0.53	1.11	2.49	1.18	0.61	0.62	0.11
730	1 000	0.39	2.02	0.91	0.62	1.07	1.79	0.98	0.88	0.51	0.83	-	-	-	-	-
	950	0.27	2.51	0.86	0.55	0.84	1.79	1.00	0.88	0.53	0.80	2.63	1.18	0.48	0.59	0.12
	900	0.53	1.92	1.27	0.45	0.82	1.84	0.94	0.91	0.52	0.79	2.74	1.18	0.48	0.57	0.04
	1 100	0.17	2.19	0.93	0.33	1.39	1.92	0.89	0.84	0.47	0.87	2.72	0.98	0.62	0.60	0.08
	1 050	0.10	2.58	1.03	0.24	1.04	1.78	0.89	0.89	0.51	0.93	2.53	1.06	0.66	0.64	0.11
680	1 000	0.07	2.50	1.02	0.26	1.14	1.89	0.95	0.85	0.52	0.79	2.93	1.00	0.44	0.53	0.09
	950	0.11	2.27	1.07	0.34	1.22	1.77	0.81	0.84	0.50	1.07	3.07	0.90	0.40	0.48	0.15
	900	0.06	2.55	1.17	0.18	1.03	1.91	0.85	0.84	0.51	0.90	2.82	1.08	0.53	0.53	0.04

TABLEAU 12 - Propriétés mécaniques de l'acier NV préchauffé à 1 180 °C

T F L (°C)	T 2e phase (°C)	Sens de l'éprouvette	Re (N/mm^2)	Rm (N/mm^2)	A %	Z %	TK 28 (°C)	TK 50 % Crist.	TK 50 % ND (°C)	ND (I)
800	1 100	L	483	565	32.8	78.1	- 120	- 115	- 110	250
		T	501	576	30.2	78.2	- 90	- 90	- 75	210
	1 050	L	466	549	33.4	79.1	- 122	- 119	- 105	245
		T	488	559	31.1	77.3	- 90	- 93	- 87	205
	1 000	L	466	553	32.9	76.4	- 120	- 120	- 115	245
		T	503	575	30.9	75.6	- 120	- 122	- 105	180
	950	L	470	555	33.0	76.4	- 125	- 120	- 105	225
		T	504	577	28.5	73.6	- 117	- 110	- 95	190
	900	L	472	555	31.4	76.7	- 140	- 131	- 125	235
		T	513	584	28.6	76.0	- 125	- 120	- 115	195
750	1 100	L	472	560	31.3	76.6	- 125	- 120	- 105	230
		T	520	593	27.4	72.7	- 85	- 86	- 80	170
	1 050	L	488	570	30.0	77.0	- 115	- 113	- 105	210
		T	533	608	24.7	76.3	- 100	- 85	- 80	190
	1 000	L	478	559	31.9	79.8	- 117	- 112	- 95	242
		T	522	600	26.0	76.2	- 90	- 94	- 80	175
	950	L	492	571	29.2	74.1	- 130	- 130	- 85	235
		T	533	608	26.5	74.0	- 115	- 98	- 80	180
	900	L	472	558	31.6	75.8	- 130	- 135	- 110	202
		T	537	614	25.9	69.8	- 117	- 122	- 90	170
700	1 100	L	529	622	28.4	75.1	- 95	- 98	- 80	195
		T	571	660	23.0	72.5	- 80	- 86	- 50	150
	1 050	L	549	632	27.0	70.3	- 105	- 98	- 85	187
		T	583	667	24.5	70.4	- 85	- 85	- 55	160
	1 000	L	530	622	26.4	69.5	- 120	- 120	- 105	175
		T	581	667	22.1	69.6	- 80	- 85	- 60	140
	950	L	509	603	27.4	73.8	- 110	- 110	- 70	215
		T	575	667	23.4	67.8	- 80	- 90	- 35	170
	900	L	501	596	27.9	74.2	- 105	- 101	- 82	195
		T	576	665	22.8	70.3	- 80	- 82	- 35	170

TABLEAU 13 - Caractéristiques mécaniques de l'acier AV

T F L (°C)	T 2e phase (°C)	Sens de l'éprouvette	Re (N/mm^2)	Rm (N/mm^2)	A %	Z %	TK 28 (°C)	TK 50 % Crist.	TK 50 % ND (°C)	ND (I)
780	1 100	L	564.7	698.9	26.56	64.14	- 87	- 88	- 87	95
		T	582.9	711.6	20.40	39.10				
	1 050	L	569.2	705.6	25.46	62.29	- 90	- 92	- 87	93
		T	607.7	726.9	20.72	36.55				
	1 000	L	564.7	696.4	26.98	66.11	- 83	- 82	- 75	92
		T	592.2	711.1	23.24	40.65				
	950	L	542.7	679.7	27.34	65.80	- 90	- 110	- 86	90
		T	576.9	696.3	20.54	40.98				
	900	L	582.2	721.0	25.50	61.59	- 94	- 105	- 90	87
		T	606.4	730.3	18.36	34.84				
730	1 100	L	620.4	775.7	22.58	52.48	- 96	- 103	- 94	80
		T	631.5	771.5	17.18	33.99				
	1 050	L	632.2	789.3	22.14	54.73	- 87	- 106	- 80	84
		T	662.8	810.8	15.94	30.94				
	1 000	L	561.8	693.3	26.40	64.14	- 100	- 106	- 92	88
		T	592.1	714.6	17.88	34.36				
	950	L	547.2	674.7	27.38	65.56	- 98	- 107	- 88	87
		T	576.9	710.6	18.64	36.30				
	900	L	624.7	776.1	23.78	55.68	- 98	- 105	- 90	80
		T	636.5	789.3	16.22	32.8				
680	1 100	L	610.9	777.1	22.18	56.30	- 83	- 102	- 70	76
		T	654.1	811.3	15.22	31.40				
	1 050	L	608.9	762.9	22.86	56.88	- 100	- 116	- 85	76
		T	657.3	802.6	14.36	29.72				
	1 000	L	613.5	764.4	22.98	58.40	- 100	- 125	- 86	80
		T	669.3	808.7	14.80	59.76				
	950	L	633.5	785.2	22.06	55.27	- 97	- 125	- 85	75
		T	684.3	829.0	14.36	59.20				
	900	L	615.5	766.5	22.56	54.48	- 114	-	- 100	70
		T	675.9	817.7	13.24	29.5				

TABLEAU 14 - Propriétés mécaniques de l'acier NV préchauffé à 1 280 °C

T F L (°C)	T 2e phase (°C)	Sens de l'éprouvette	Re (N/mm²)	Rm (N/mm²)	A %	Z %	TK 28 (°C)	TK 50 % Crist.	TK 50 % ND (°C)	ND (I)
770	1 100	L	515	620	30.6	76.9	- 95	- 85	- 90	240
		T	537	623	27.2	79.5	- 90	- 60	- 70	195
	1 050	L	533	625	30.0	78.1	- 90	- 90	- 90	220
		T	563	622	26.7	76.7	- 90	- 80	- 75	190
	1 000	L	487	552	31.4	77.0	- 75	- 65	- 70	240
		T	507	543	22.7	71.9	- 85	- 55	- 65	200
	950	L	472	578	28.2	75.5	- 85	- 75	- 70	225
		T	490	597	27.3	76.5	- 75	- 60	- 60	180
	900	L	475	579	28.7	74.5	- 105	- 95	- 90	235
		T	501	600	27.7	76.3	- 95	- 65	- 70	190
730	1 100	L	545	641	27.4	74.1	- 90	- 80	- 80	220
		T	569	657	27.7	78.5	- 80	- 65	- 60	175
	1 050	L	543	640	27.4	73.0	- 100	- 95	- 90	205
		T	572	661	26.6	75.5	- 90	- 80	- 80	160
	1 000	L	534	618	30.6	79.1	- 90	- 80	- 85	240
		T	552	635	29.2	77.2	- 70	- 60	- 60	190
	950	L	478	581	28.5	75.0	- 90	- 90	- 80	220
		T	500	600	28.4	73.0	- 80	- 60	- 60	190
	900	L	515	563	29.7	77.0	- 90	- 95	- 85	225
		T	528	583	29.7	78.8	- 95	- 75	- 70	190
690	1 100	L	565	674	25.2	70.2	- 75	- 70	- 60	200
		T	601	703	21.2	67.8	- 60	- 50	- 45	140
	1 050	L	568	673	25.9	69.6	- 90	- 90	- 90	160
		T	610	704	23.7	71.6	- 70	- 65	- 40	160
	1 000	L	530	638	27.2	74.0	- 90	- 90	- 80	200
		T	562	666	25.5	73.9	- 65	- 60	- 45	160
	950	L	479	602	26.5	70.7	- 85	- 90	- 80	155
		T	513	633	24.1	72.3	- 60	- 55	- 40	160
	900	L	470	584	26.4	72.0	- 85	- 85	- 60	220
		T	503	619	23.5	71.5	- 70	- 60	- 50	160

TABLEAU 15 - Résultats calculés des composants de durcissement et de la limite d'élasticité (température de la 2e phase = 1000°C).

Nuance	T F L (°C)	σ_y^{mes} (N/mm^2)	σ_o^{mes} (N/mm^2)	Kyd$^{-\frac{1}{2}}$ (N/mm^2)	σ_i (N/mm^2)	σ_s (N/mm^2)	σ_d (N/mm^2)	σ_p (N/mm^2)	$\sigma_o^{cal} = \sum_{k=1}^{n} \sigma_k$ (N/mm^2)	$\sigma_y^{cal} = \sigma_o + Kyd^{-\frac{1}{2}}$ (N/mm^2)	$\sigma_o^{cal} = (\sum_{k=1}^{n} \sigma_k^2)^{\frac{1}{2}}$ (N/mm^2)	$\sigma_y^{cal} = \sigma_o + Kyd^{-\frac{1}{2}}$ (N/mm^2)
NV	800	485	224	259	70	72	64	195	401	660	228	487
	750	500	282	273	70	72	90	216	449	721	255	528
	700	556	282	279	70	72	110	237	490	754	280	559
AV	780	565	304	255	70	75	59	223	427	696	253	522
	730	562	365	258	70	75	90	248	483	755	283	556
	680	613	365	250	70	75	96	272	513	756	306	569

TABLEAU 16 - Valeurs des paramètres de la courbe de transition et du coefficient de texture {100}

Acier	T F L (°C)	ΔT_1 (°C)		ΔT_2 (°C)		ω (J/°C)		n		Coefficient de texture {100} (N)
		Long	Travers	Long	Travers	Long	Travers	Long	Travers	
NV	800	130	127	20	29	0.93	0.71	4	4	1.48
	750	130	131	24	30	0.92	0.72	5	4	2.06
	700	134	135	28	42	0.84	0.83	5	5	2.16
AV	780	50		41		0.38		4		1.64
	730	59		58		0.37		6		2.16
	680	64		73		0.35		8		2.42

TABLEAU 17 : Valeurs de ω en fonction de la teneur en S selon (54).

Repère	% S	% Ce	Sens long			Sens travers		
			ΔT_1(°C)	Δ KV (J)	ω (J/°C)	ΔT_1(°C)	Δ KV (J)	ω (J/°C)
80 A	0.002	-	85	80	0.94	70	40	0.57
81 B	0.006	0.013	95	83	0.87	105	60	0.57
81 A	0.010	-	65	28	0.43	70	20	0.29
N 7	0.016	-	60	0	0	80	0	0

température de préchauffage (°C)	température de laminage (°C)				
	T_1	T_2	T_3	T_4	T_5
1180	1158	1140	1000	980	$Ar_3^{\star}$, $Ar_3^{\star} \pm 50$
1280	1235	1220	1000	980	$Ar_3^{\star}$, $Ar_3^{\star} \pm 50$

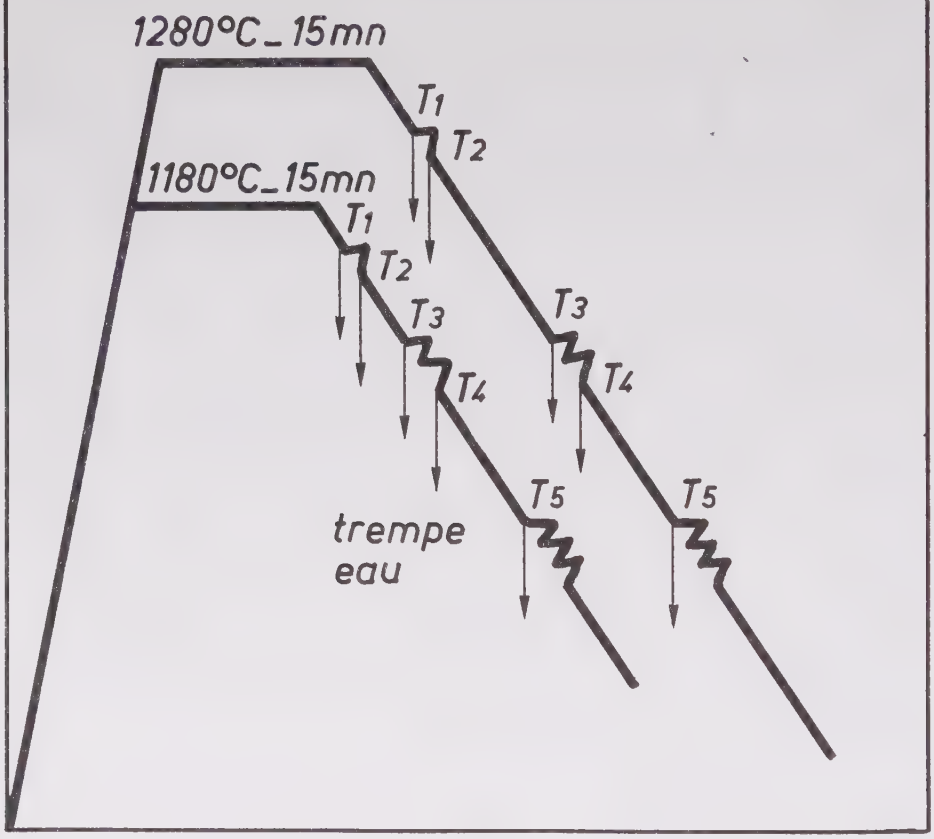


FIGURE 1 - Schémas de simulation en torsion pour examiner l'évolution des structures austénitiques au cours du laminage à chaud.

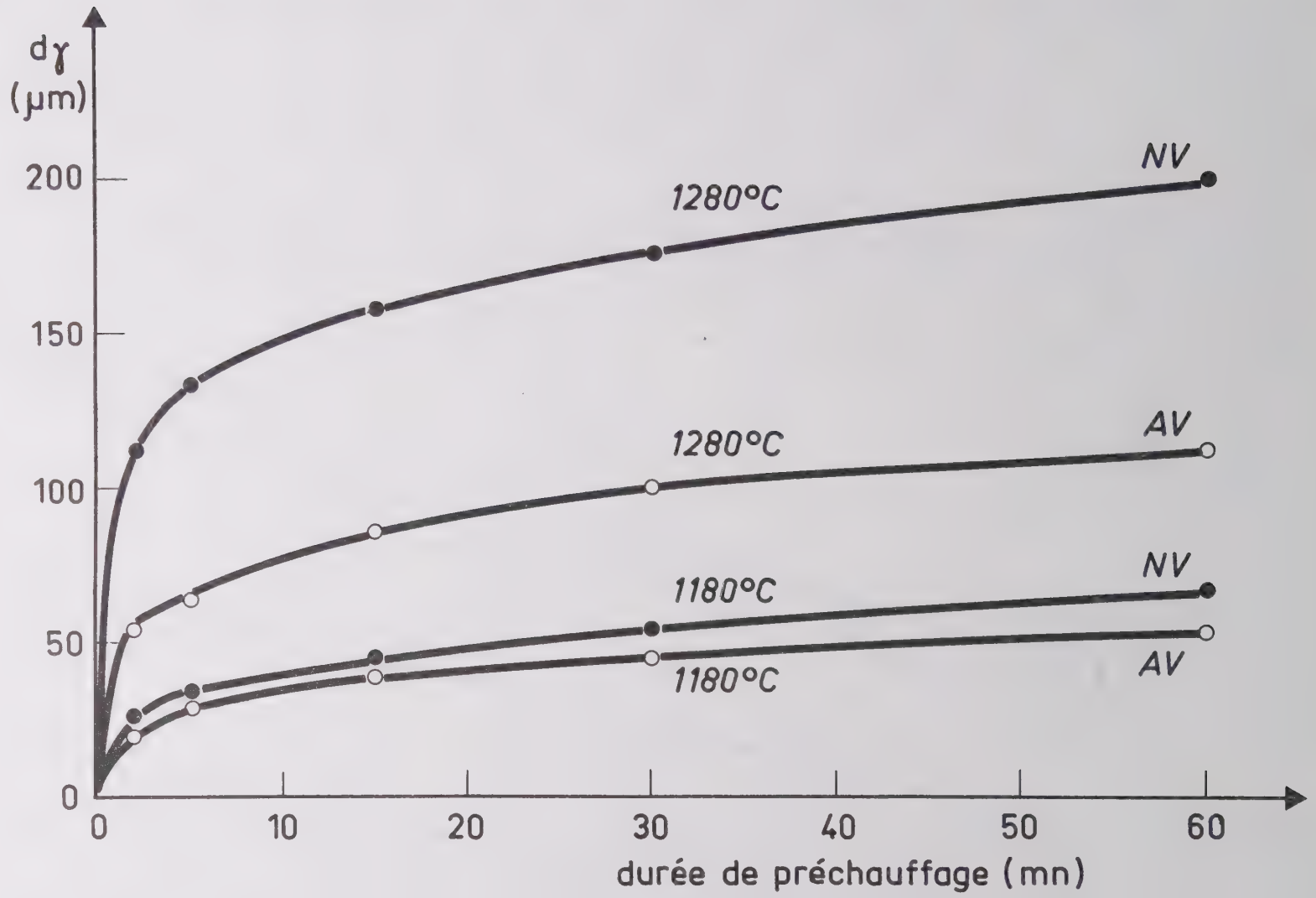


FIGURE 2 - Croissance du grain austénitique pendant le préchauffage.

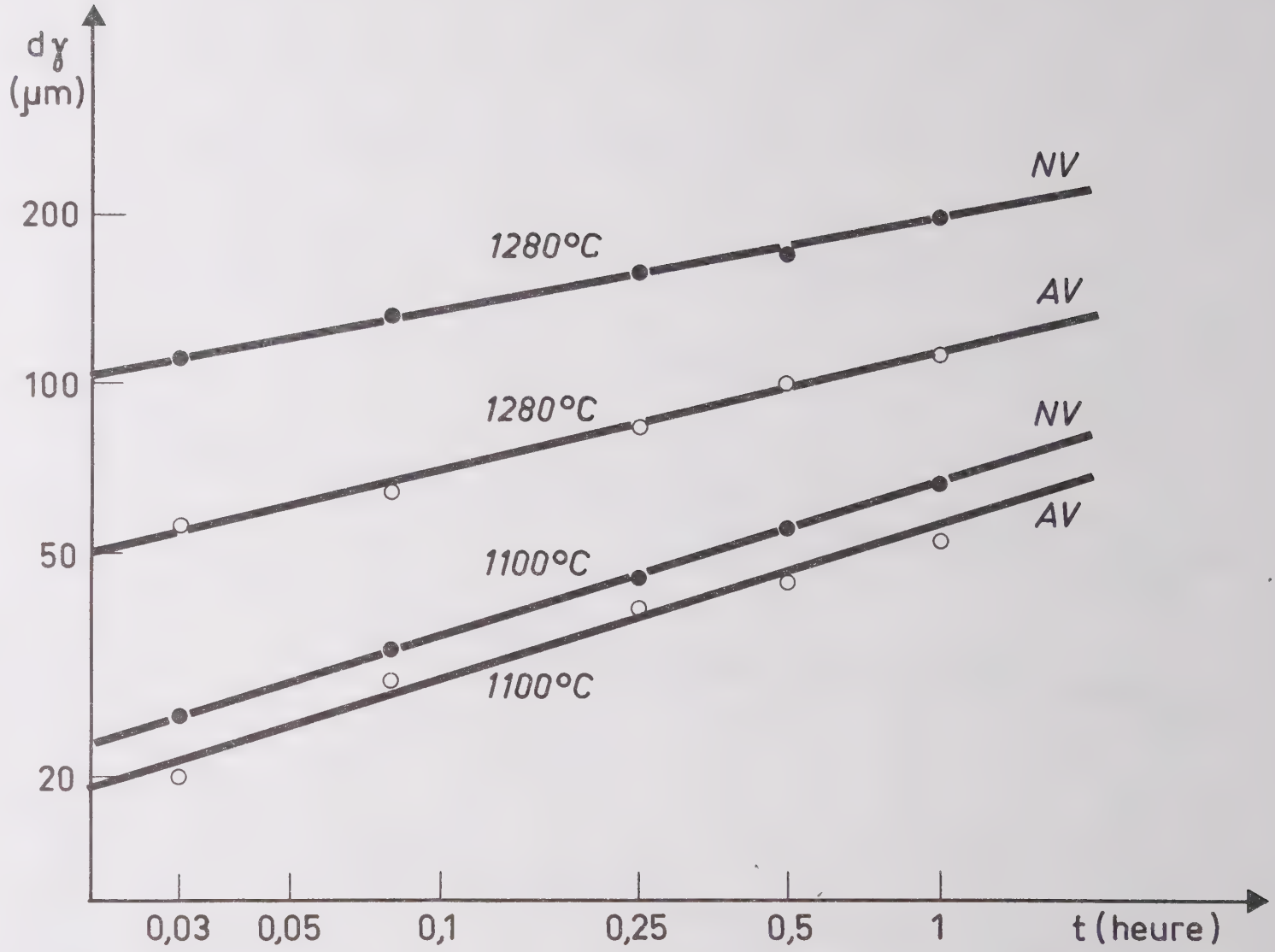


FIGURE 3 – Relation entre la taille du grain austénitique et la durée de préchauffage.

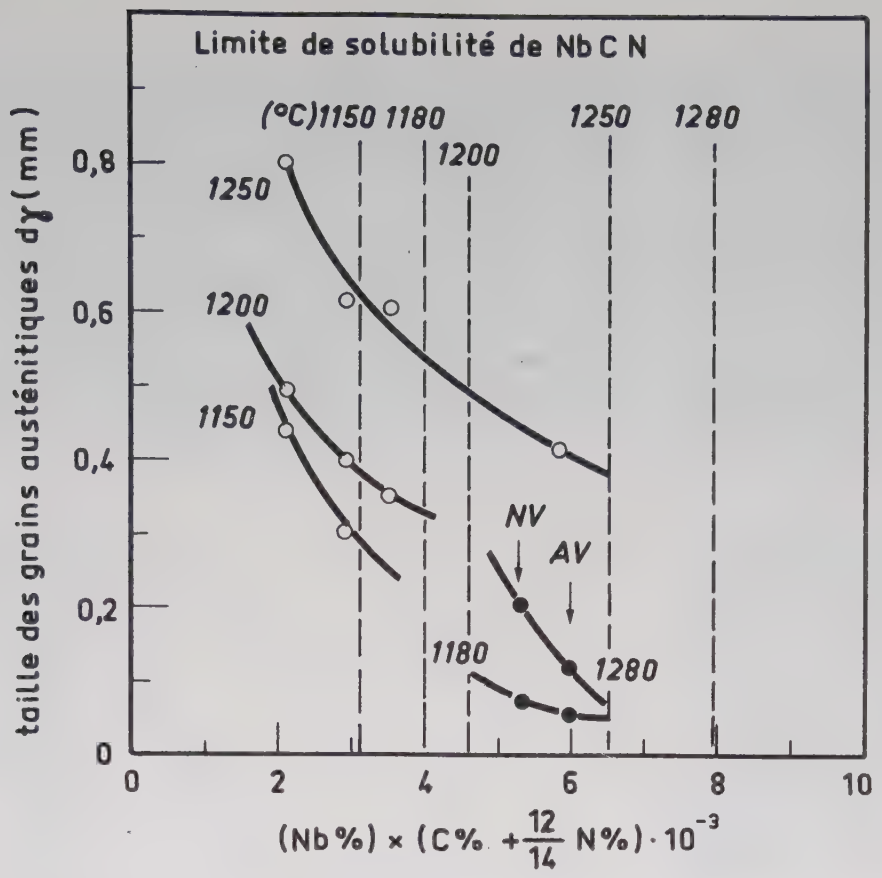


FIGURE 4 – Relation entre d_γ et le (Nb %) x (C % + $\frac{12}{14}$ N %) aux températures diverses de préchauffage selon (26).

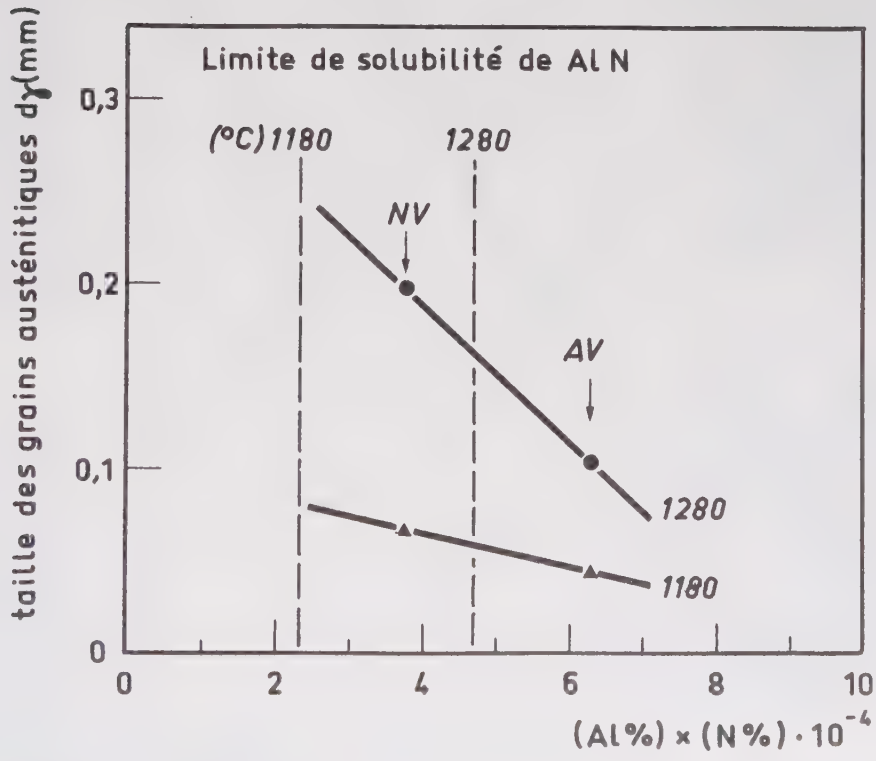


FIGURE 5 – Relation entre d_γ et le produit (Al %) x (N %) à 1180°C et 1280°C (pendant 1 heure).

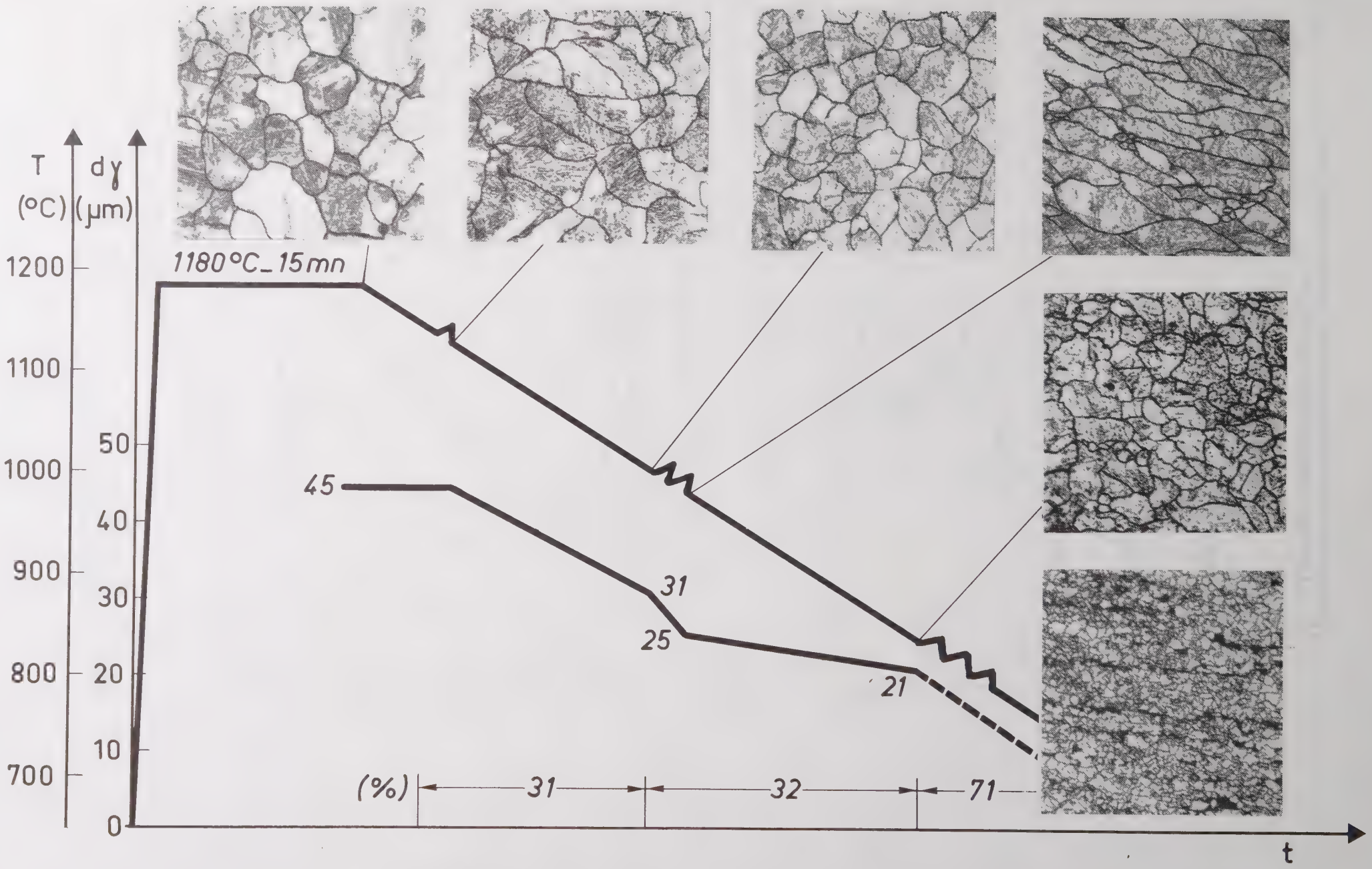


FIGURE 6 - Evolution des structures de l'acier NV au cours du laminage.

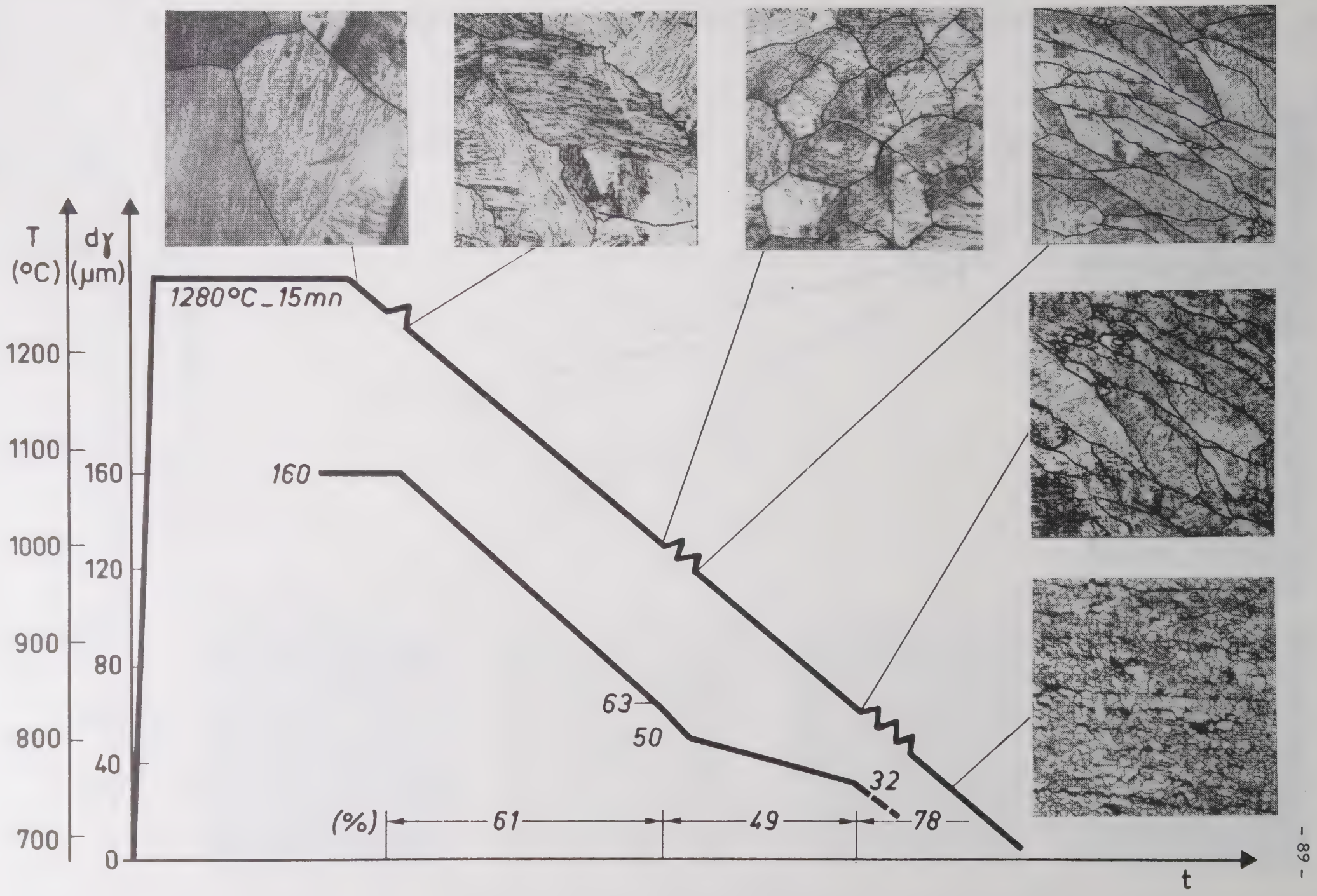


FIGURE 7 – Evolution des structures de l'acier NV au cours du laminage.

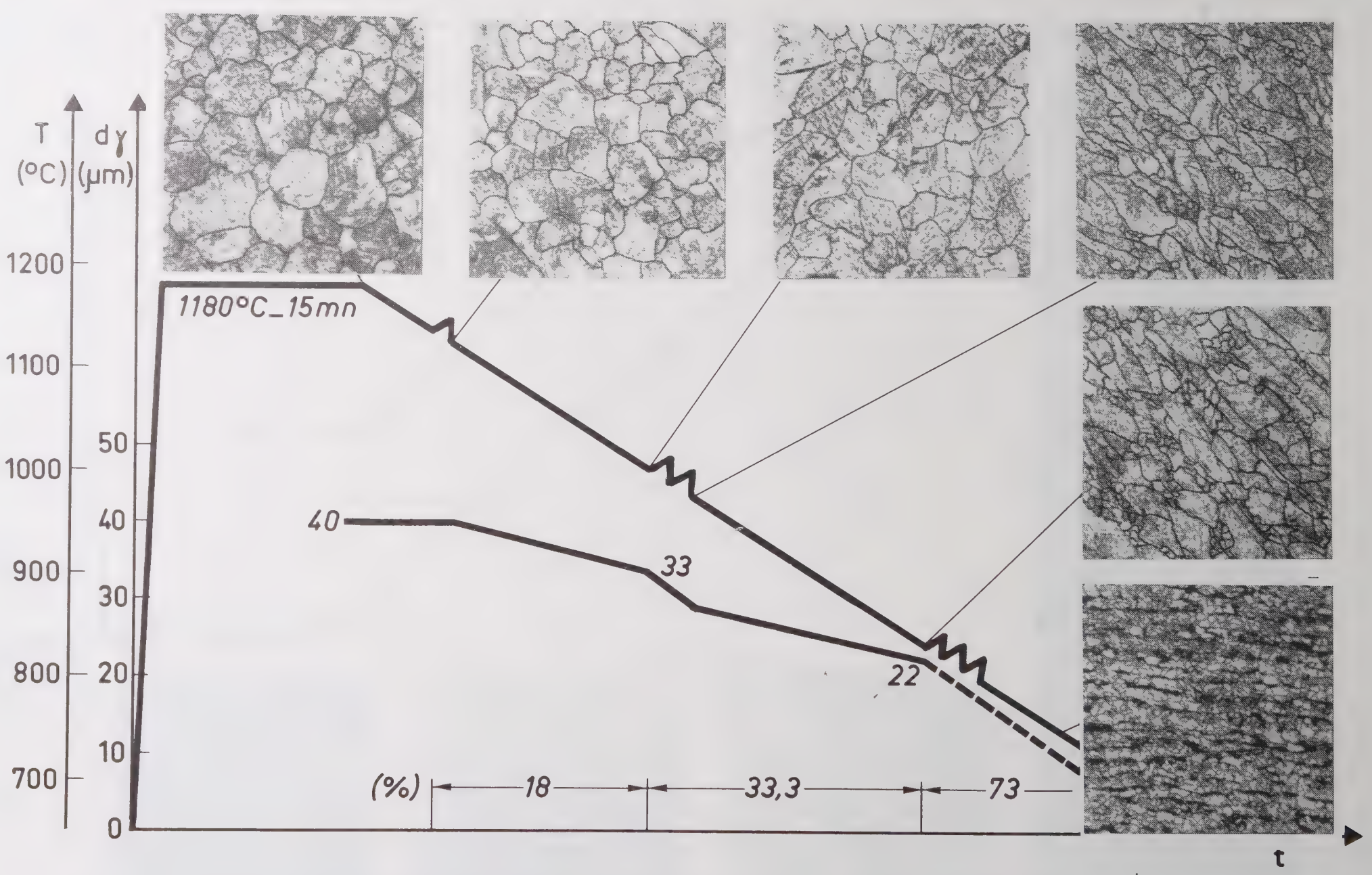


FIGURE 8 – Evolution des structures de l'acier AV au cours du laminage.

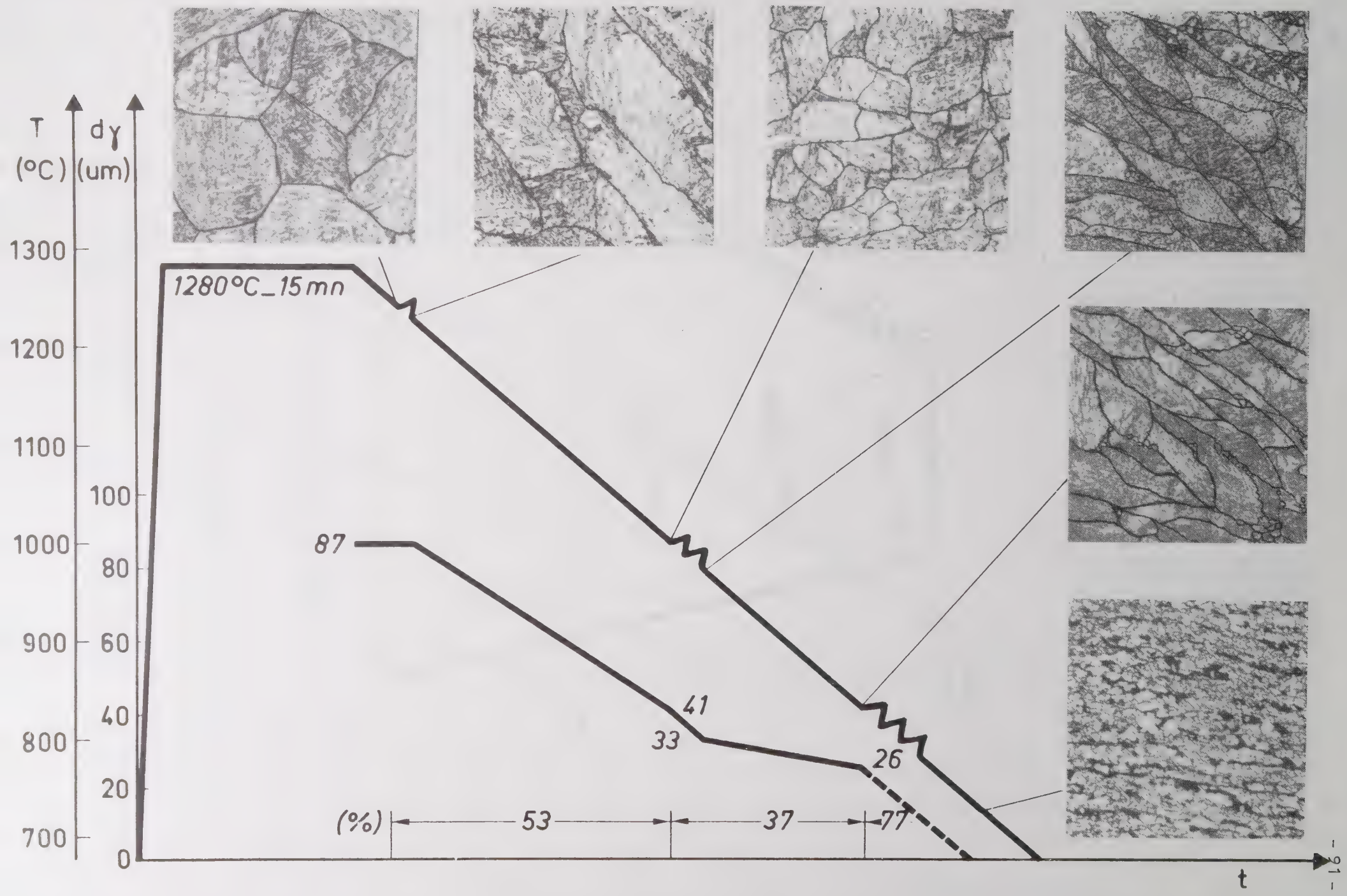


FIGURE 9 – Evolution des structures de l'acier AV au cours du laminage.

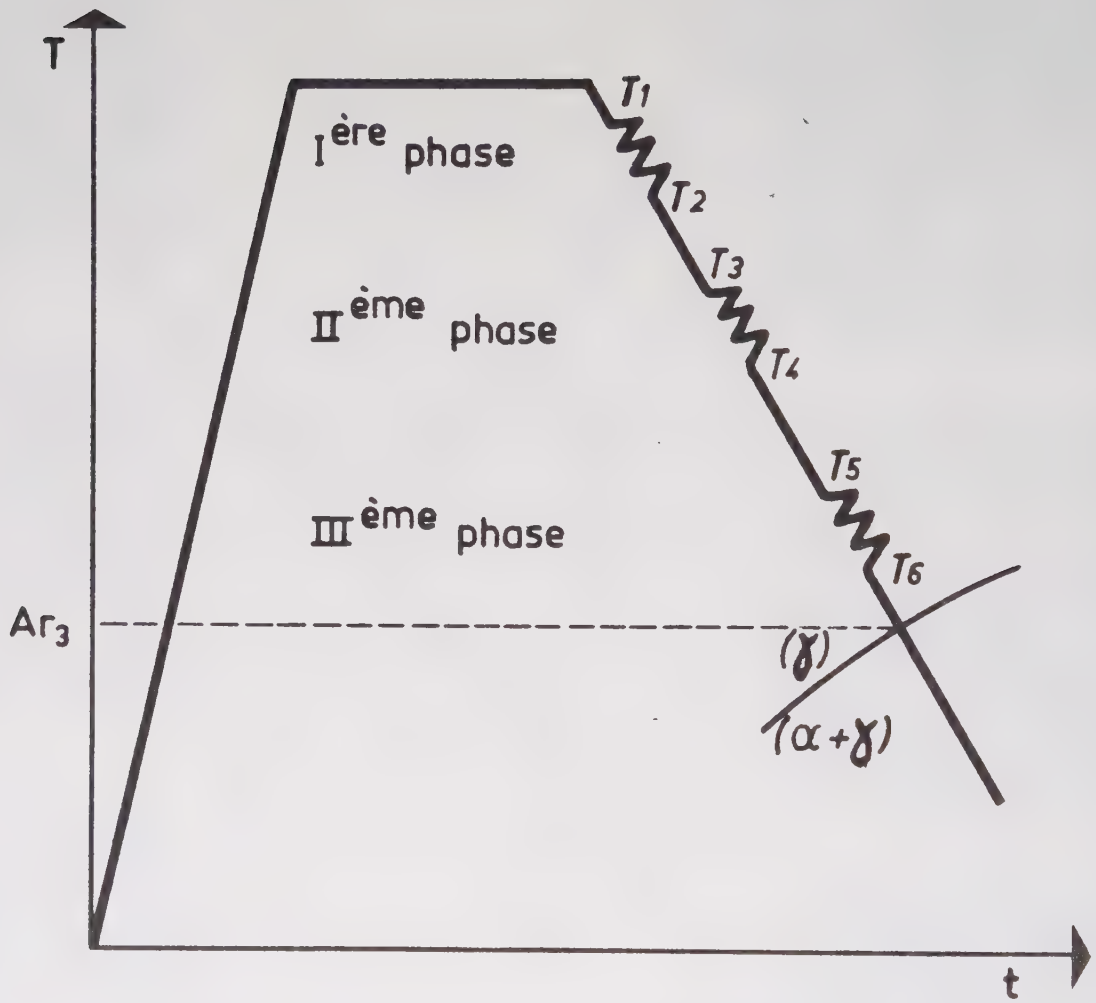


FIGURE 10 - Schéma de laminage en torsion.

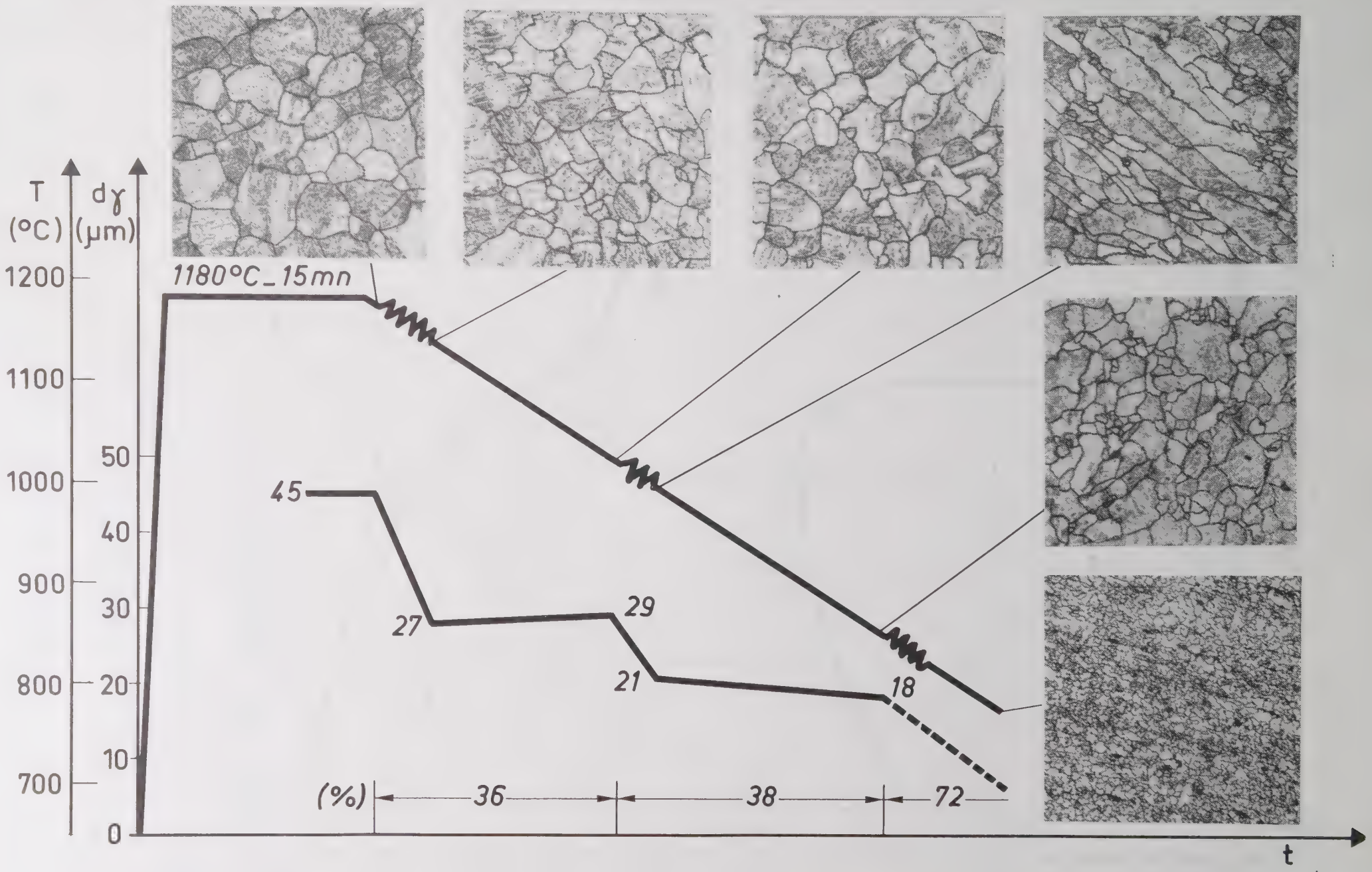


FIGURE 11 - Evolution des structures au cours de la simulation en torsion.

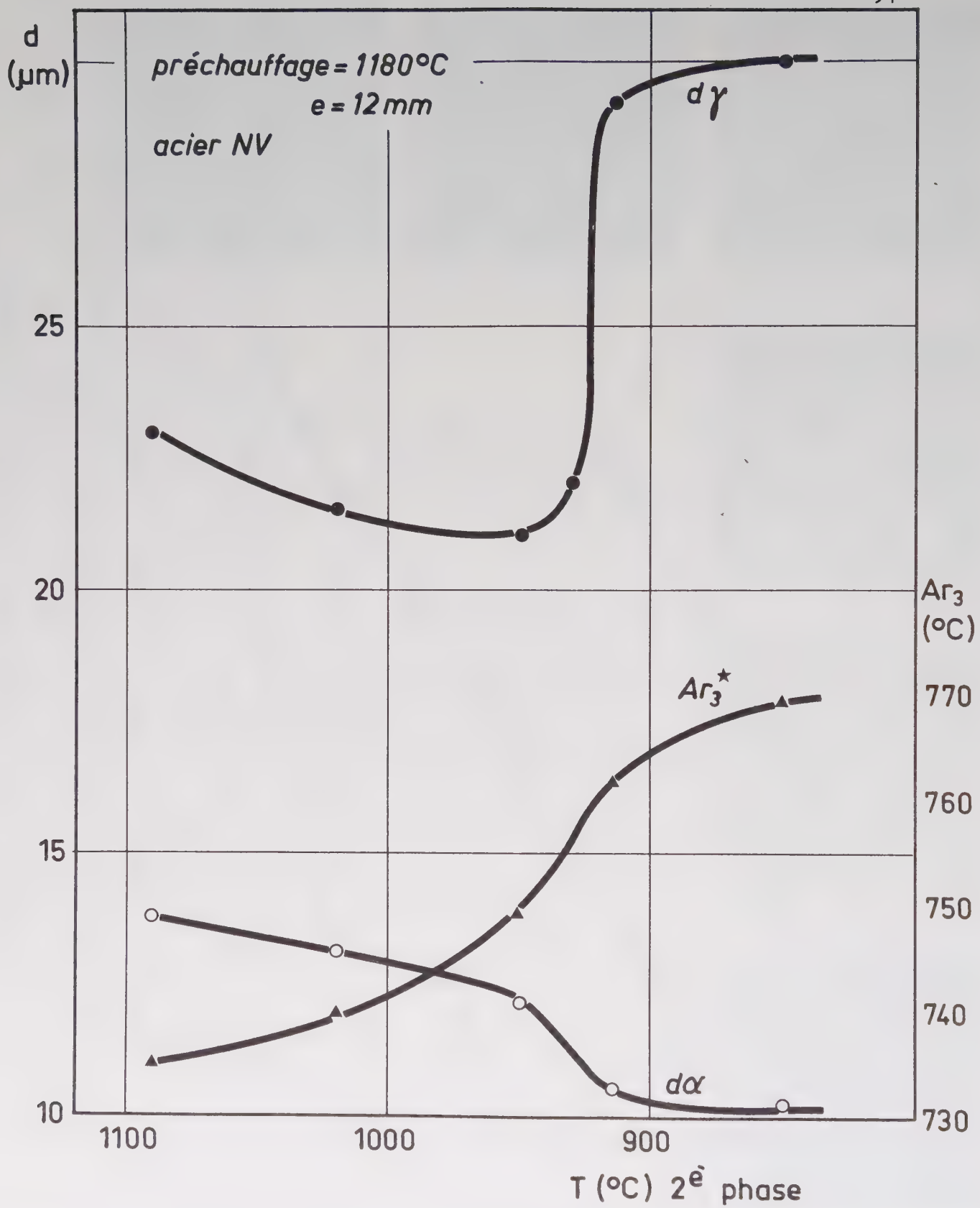


FIGURE 12 – Influence de la temmpérature de la 2ème phase sur d_γ . d_α et Ar_3.

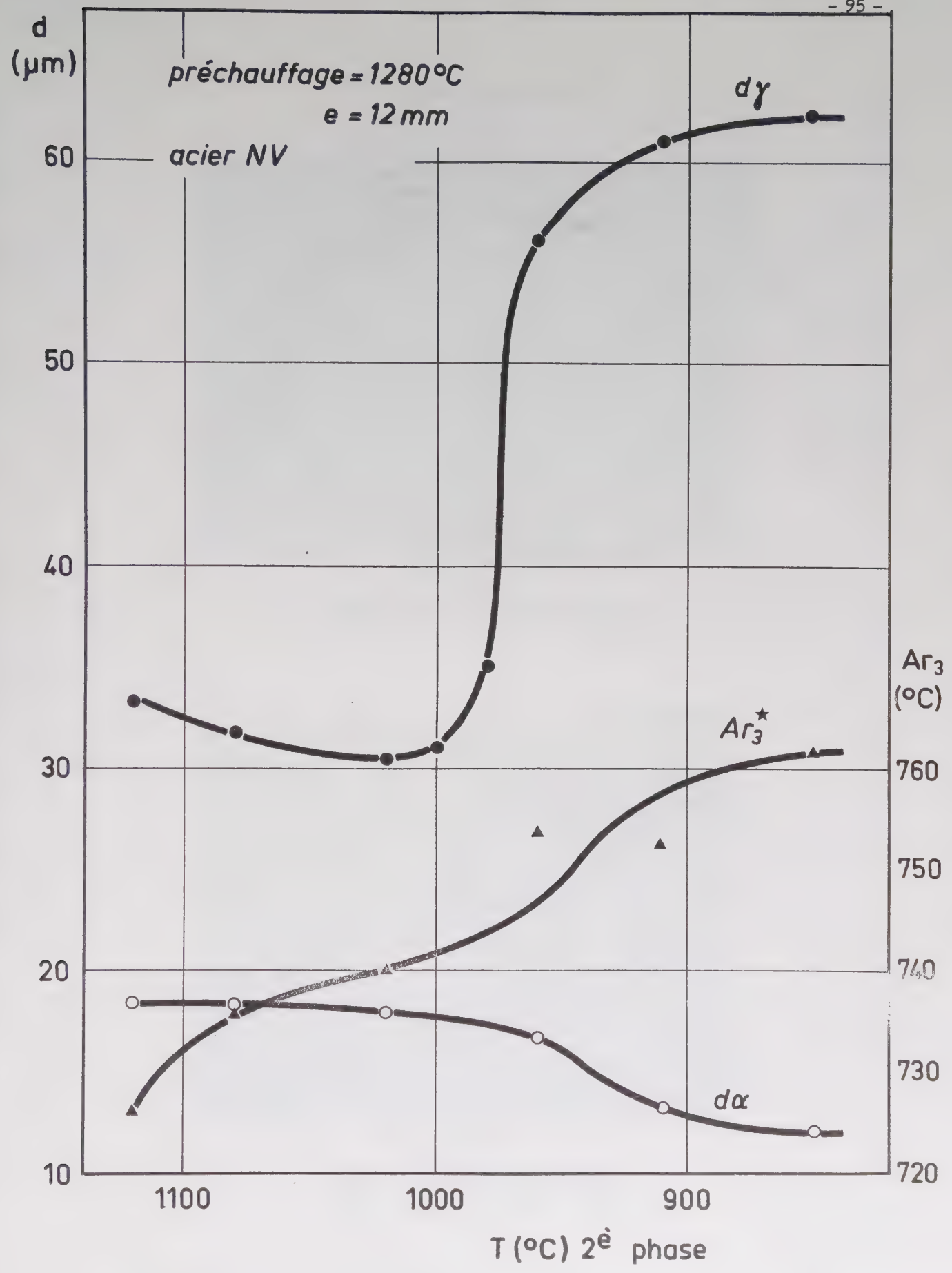
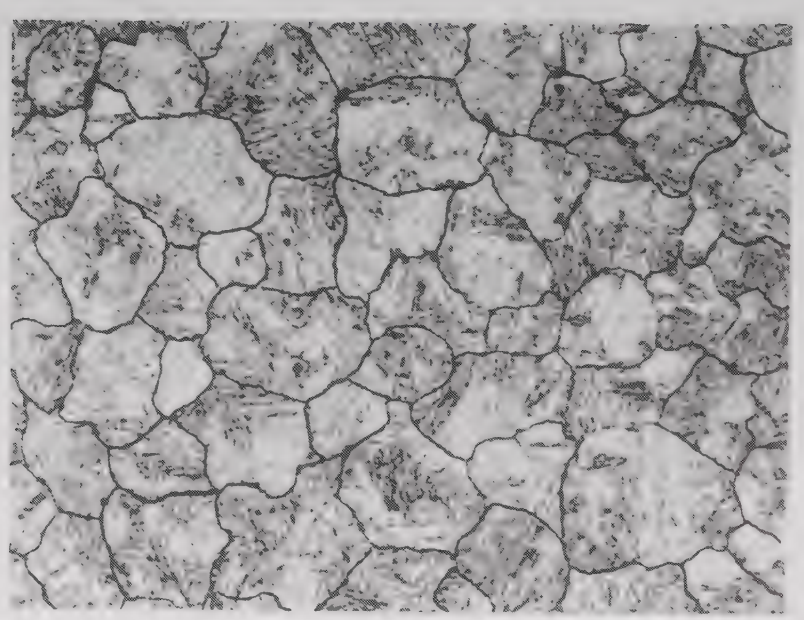
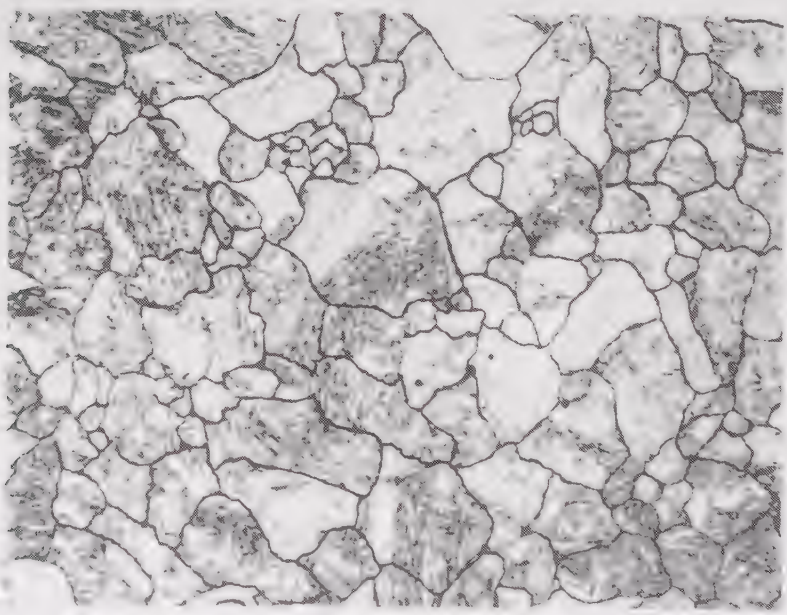


FIGURE 13 – Influence de la température de la 2ème phase sur d_γ . d_α et Ar_3.

Préchauffage à 1280°C



(a) Température de 2ème phase 1120°C
trempe à 830°C x 250



(b) Température de 2ème phase 1080°C
trempe à 830°C x 250

FIGURE 14 - Evolution des structures austénitiques en fonction de la température de la 2ème phase.

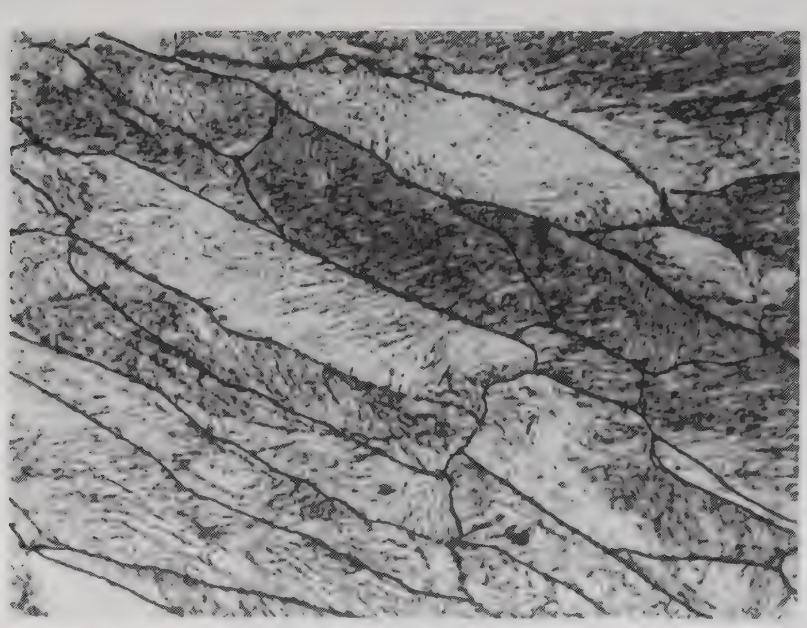
Préchauffage à 1280°C

(c) Température de 2ème phase 1120°C
trempe à 830°C x 250

(d) Température de 2ème phase 980°C
trempe à 830°C x 250

FIGURE 14

Préchauffage à 1280°C



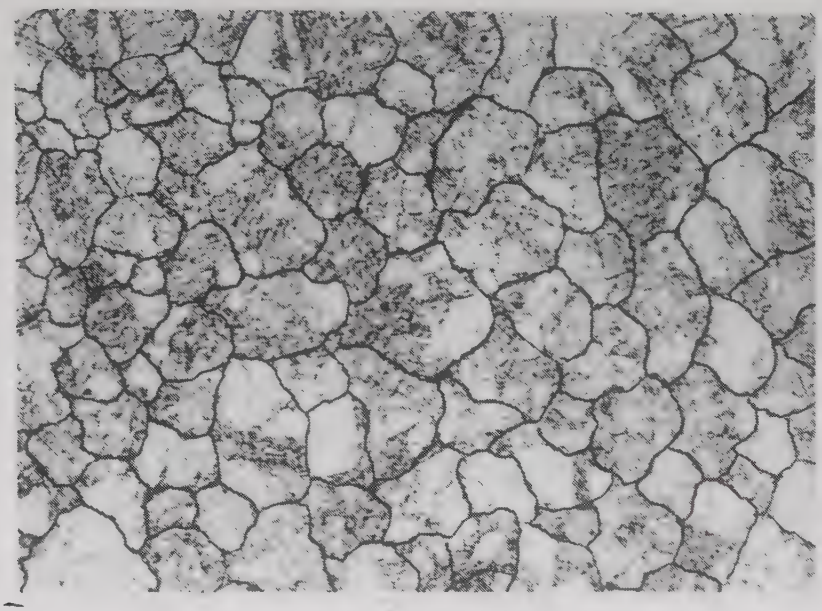
e) Température de 2ème phase 960°C
trempe à 830°C x 250

(f) Température de 2ème phase 910°C
trempe à 830°C x 250

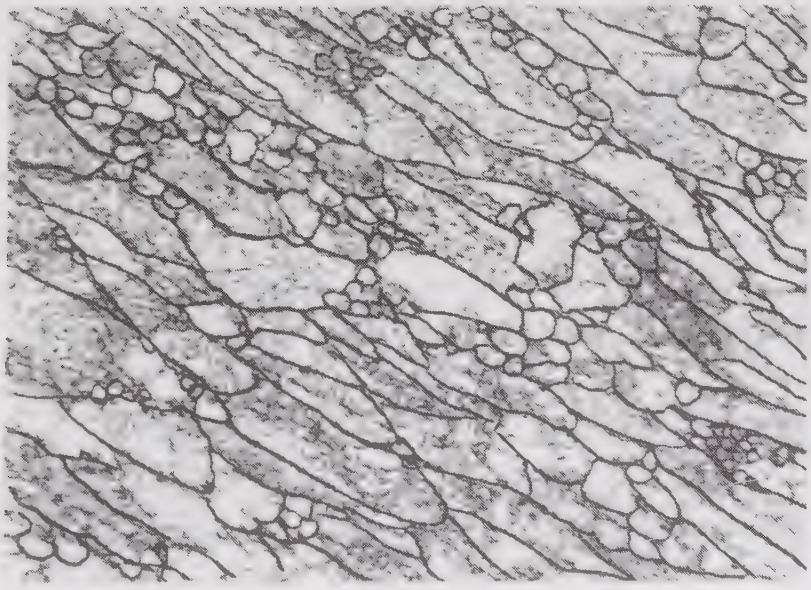
(g) Température de 2ème phase 850°C
trempe à 830°C x 250

FIGURE 14

Préchauffage à 1180°C



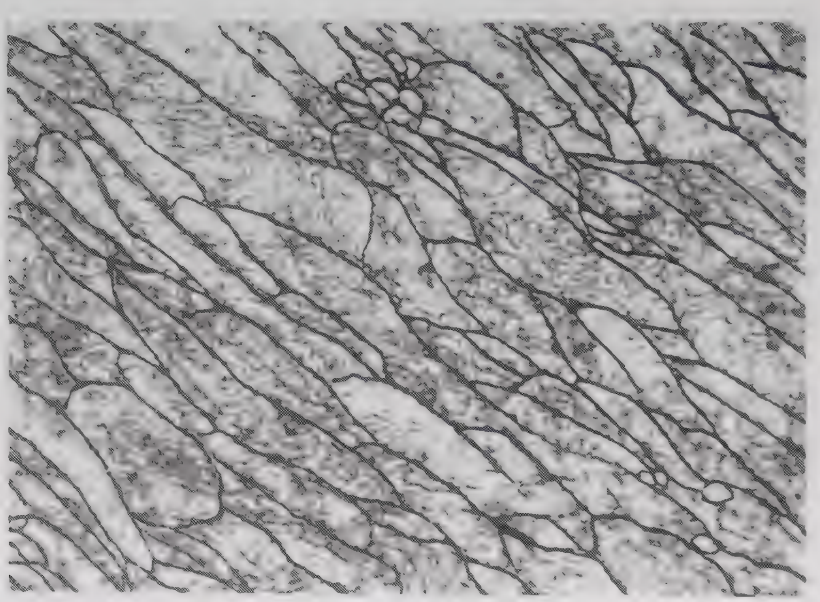
(a) Température de 2ème phase 1090°C
trempe à 830°C x 250



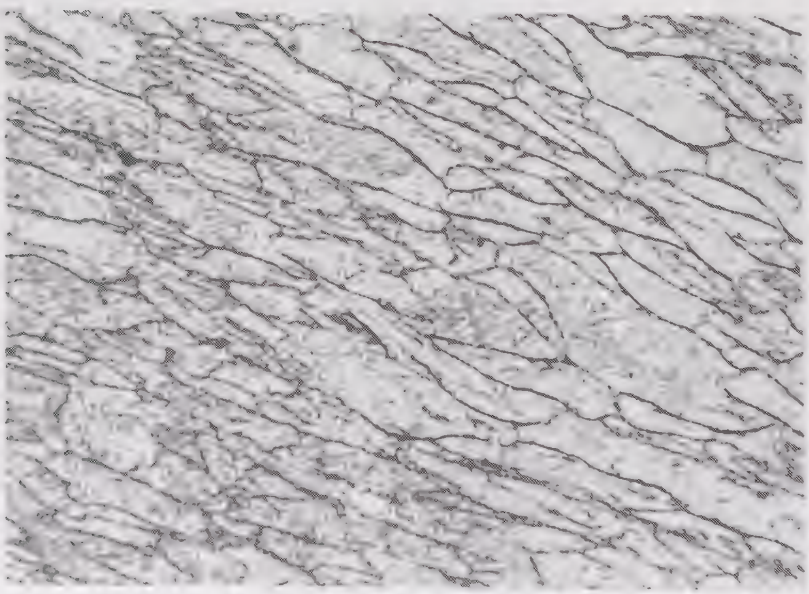
(b) Température de 2ème phase 1020°C
trempe à 830°C x 250

FIGURE 15 – Evolution des structures austénitiques en fonction de la température de la 2ème phase.

Préchauffage à 1180°C



(c) Température de 2ème phase 950°C
trempe à 830°C x 250



(d) Température de 2ème phase 850°C
trempe à 830°C x 250

FIGURE 15

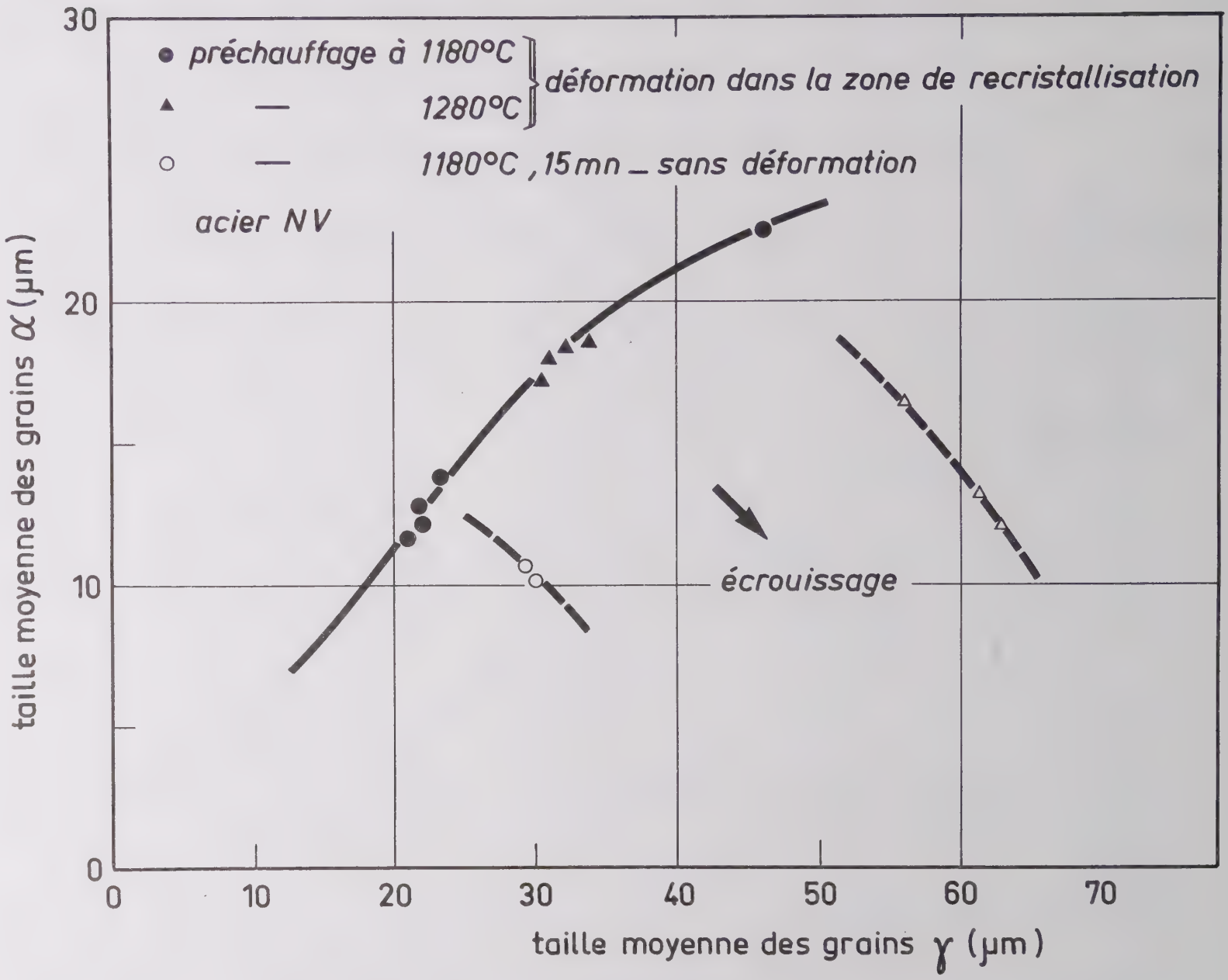


FIGURE 16 - Relation entre d_γ et d_α après le laminage dans la zone de recristallisation et dans la zone de non-recristallisation.

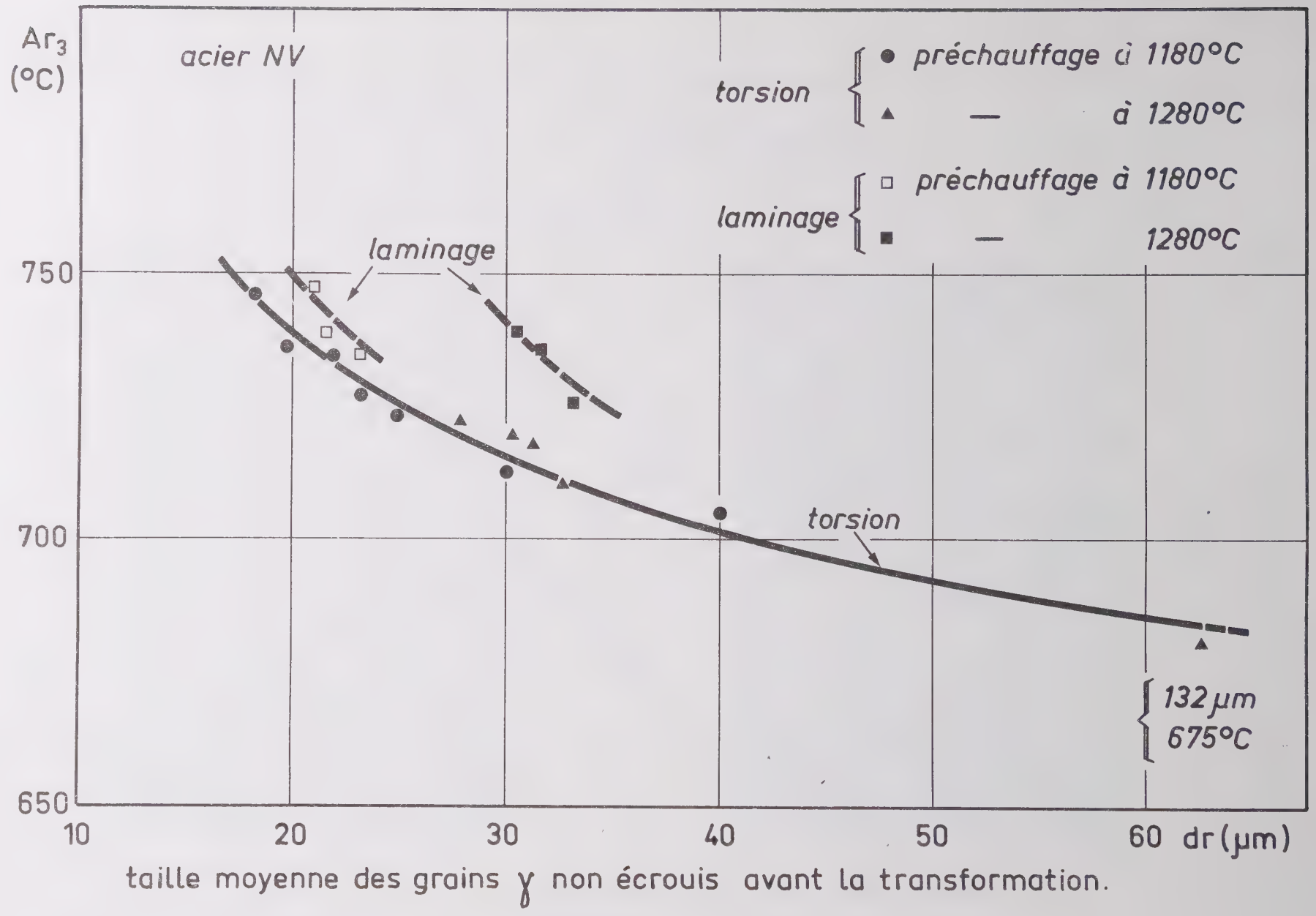


FIGURE 17 – Influence de d_γ non écrouies sur Ar_3.

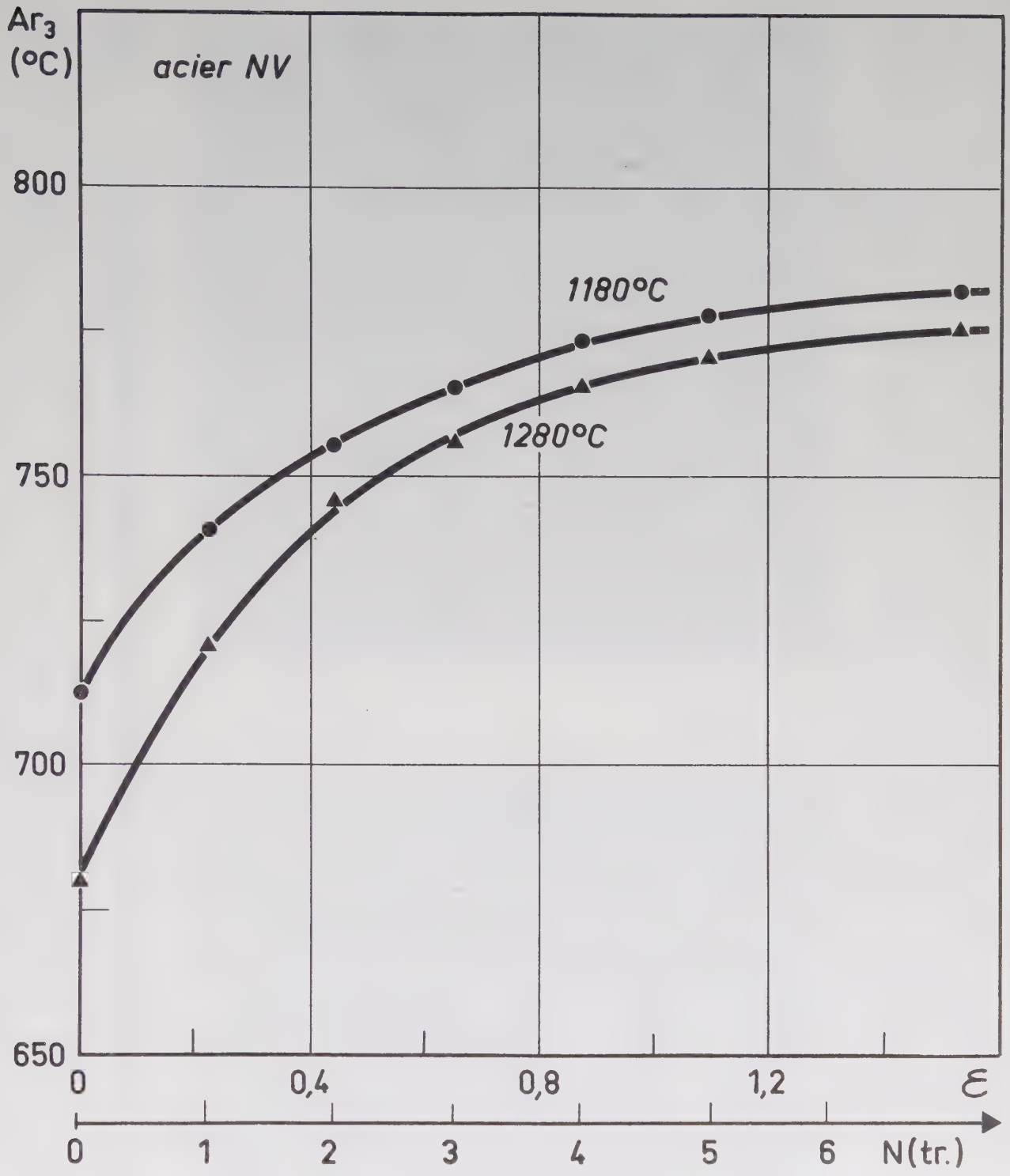
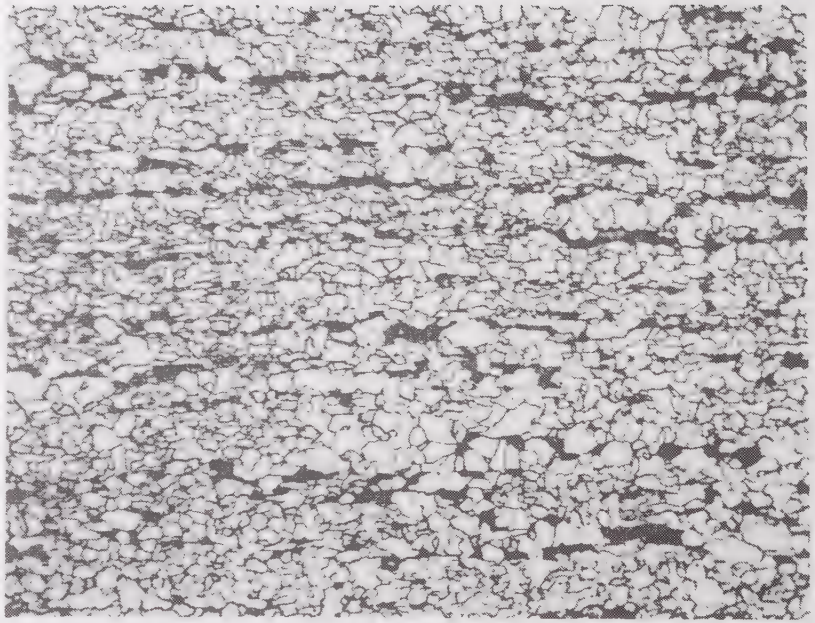
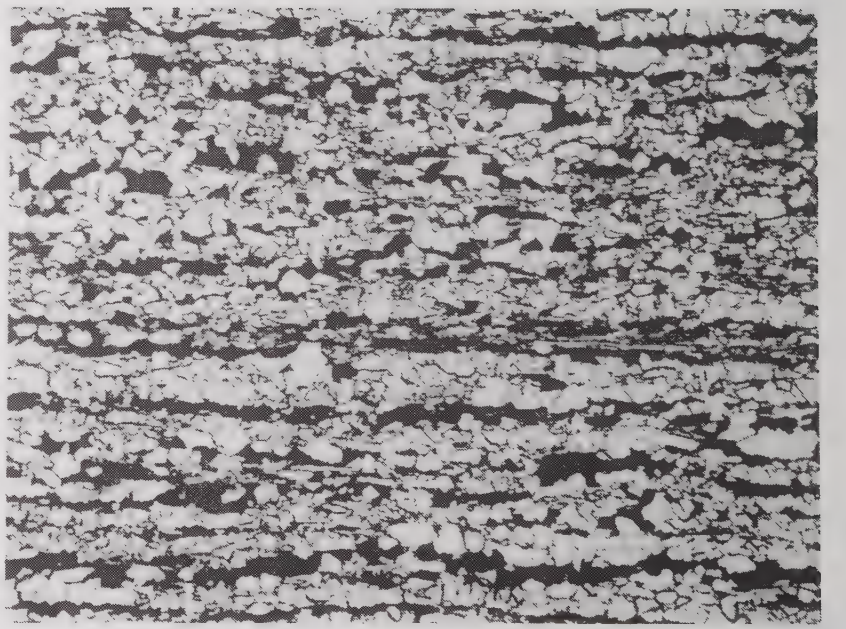


FIGURE 18 – Influence de la déformation des grains austénitiques dans la zone de non-recristallisation sur Ar_3^*

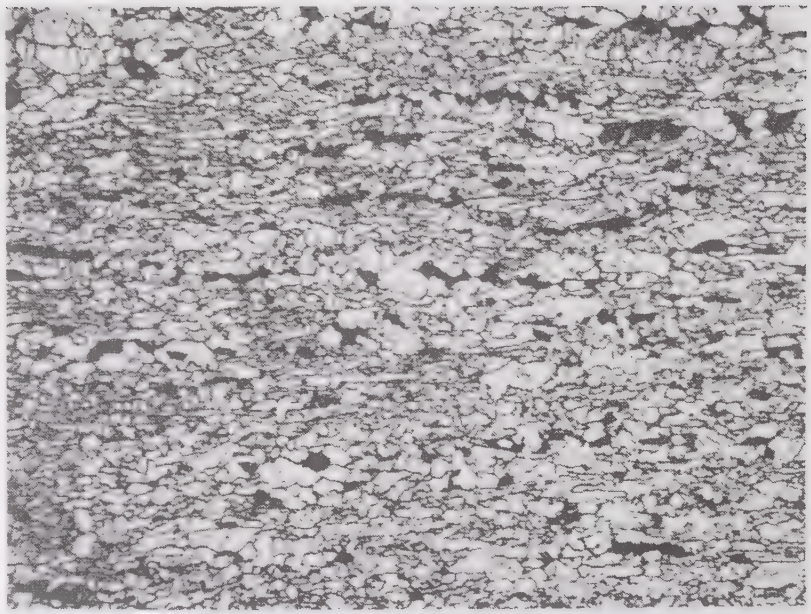


(a) Acier NV

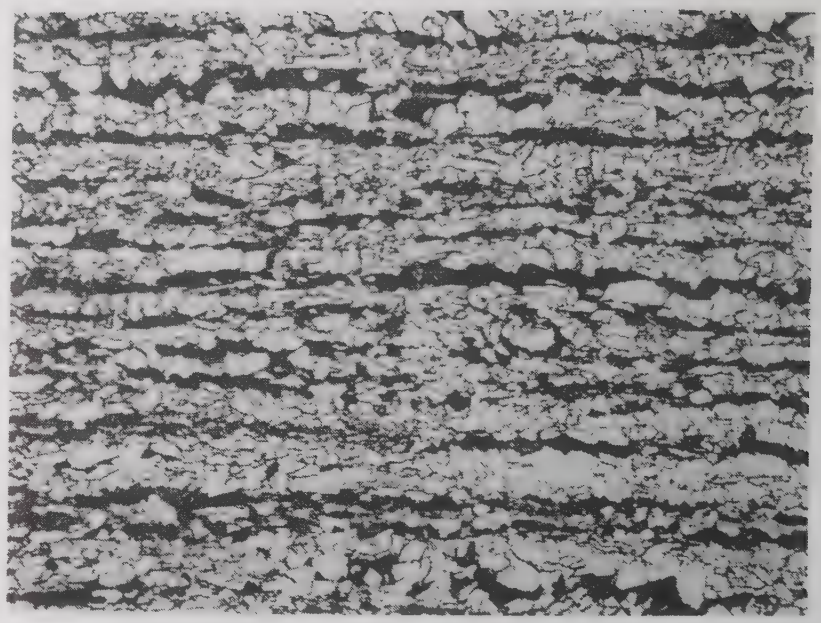


(b) Acier AV

FIGURE 19 – Structures métallographiques finales avec température de fin de laminage de 800°C (a) et de 780°C (b) x 400



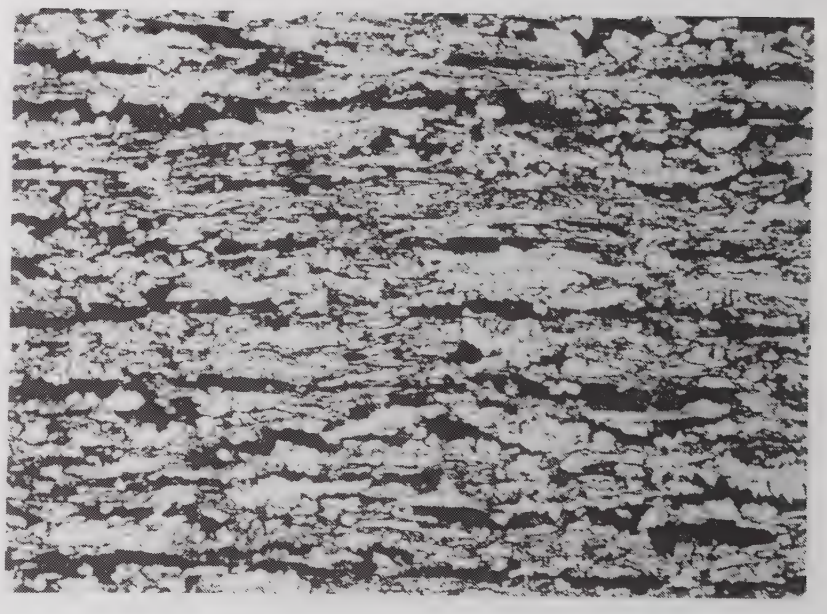
(a) Acier NV



(b) Acier AV

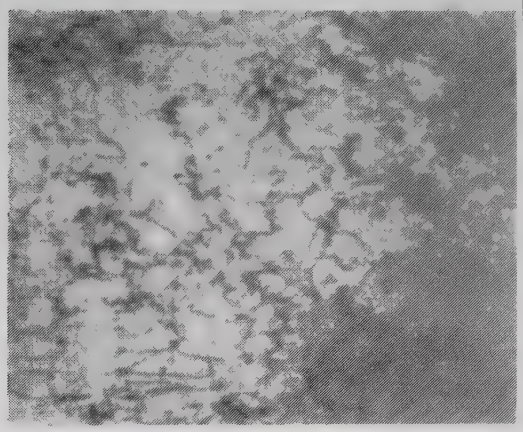
FIGURE 20 – Structures métallographiques finales avec température de fin de laminage de 750°C (a) et de 730°C (b) x 400

(a) Acier NV



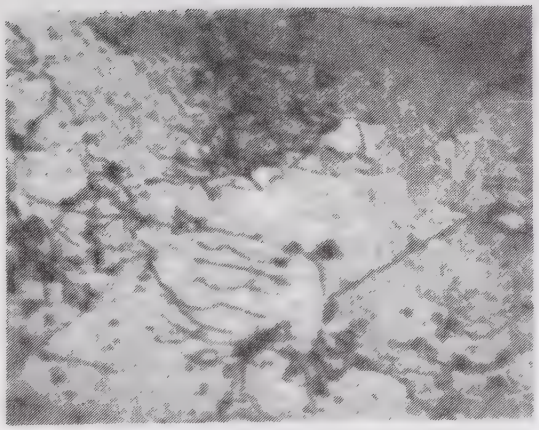
(b) Acier AV

FIGURE 21 – Structures métallographiques finales avec température de fin de laminage de 700°C (a) et de 680°C (b) x 400



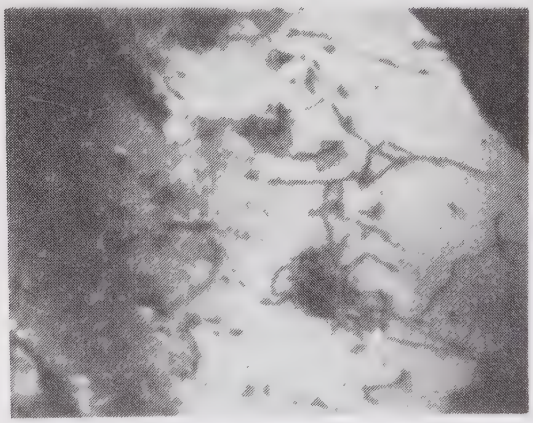
(a)

Réseau de dislocations
(acier NV, TFL = 800°C)



(b)

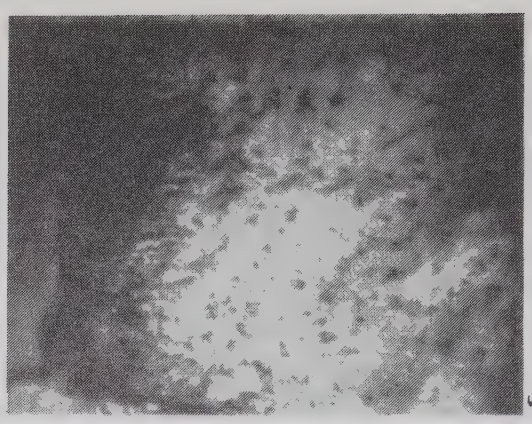
Echeveux de dislocations
(acier NV, TFL = 800°C)



(c)

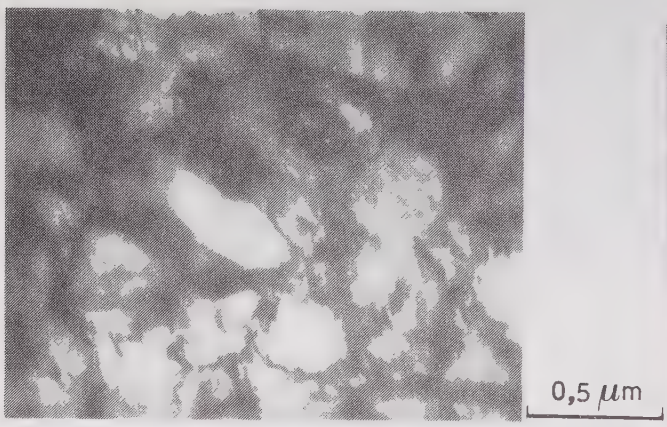
Echeveux de dislocations
(acier AV, TFL = 780°C)

FIGURE 22 – Configuration de dislocations dans les aciers NV et AV (la dernière passe est effectuée dans le domaine austénitique).



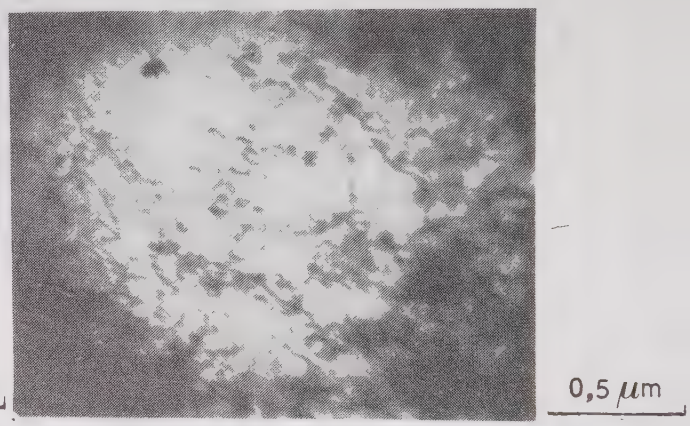
(a)

Réseau de dislocations
(acier NV, TFL = 750°C)



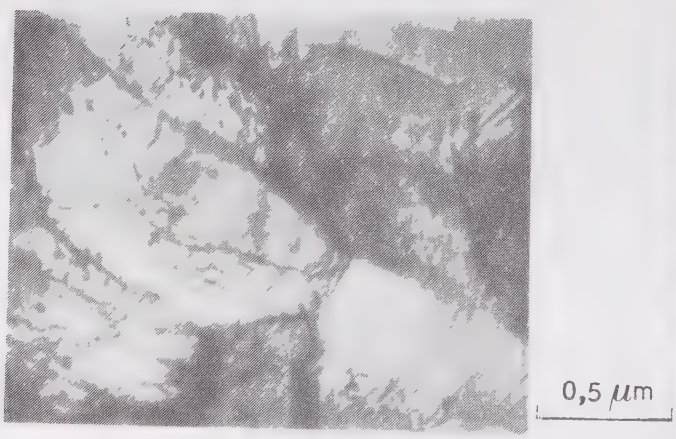
(b)

Cellule de dislocations
(acier NV, TFL = 750°C)



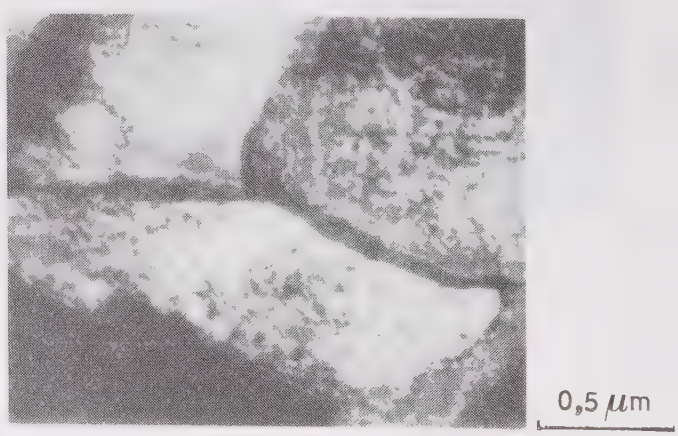
(c)

Cellule de dislocations
(acier AV, TFL = 730°C)



(d)

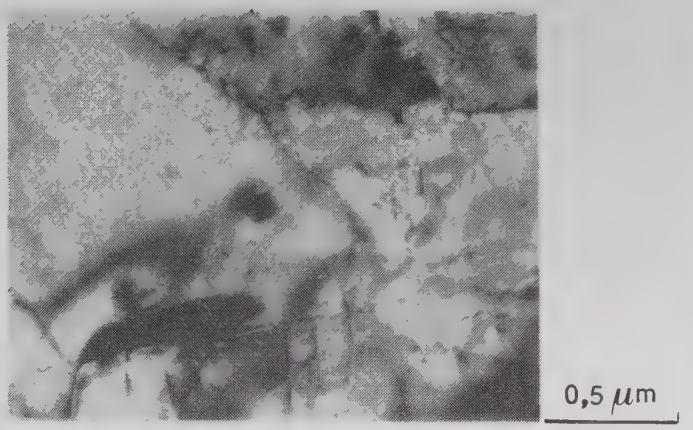
Sous-structure
(acier NV, TFL = 750°C)



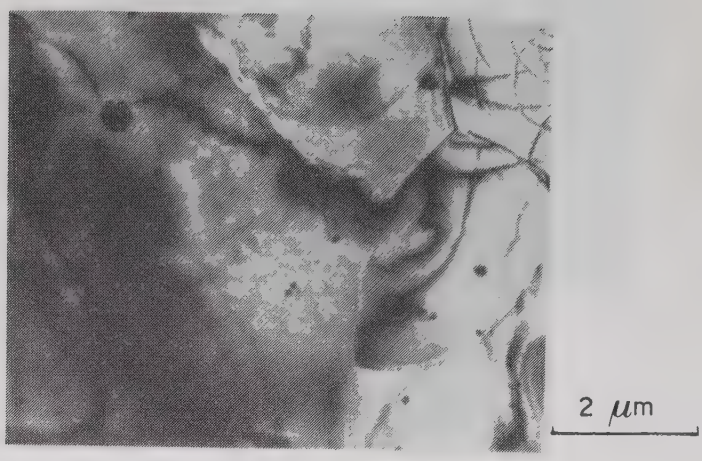
(e)

Sous-structure
(acier NV, TFL = 750°C)

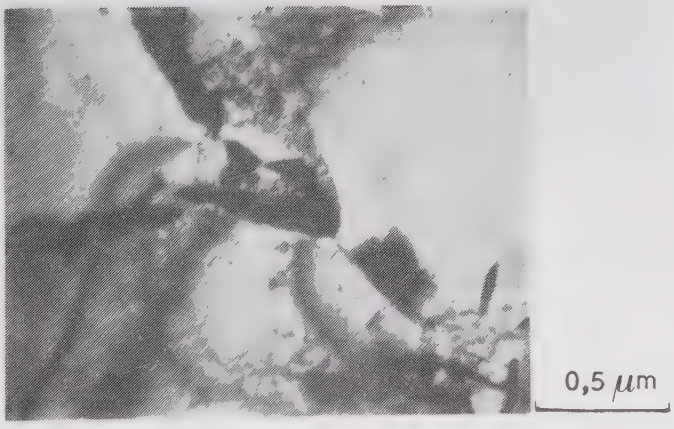
FIGURE 23 - Configuration de dislocations et sous-structures dans les aciers NV et AV après fin de laminage dans la zone biphasée.



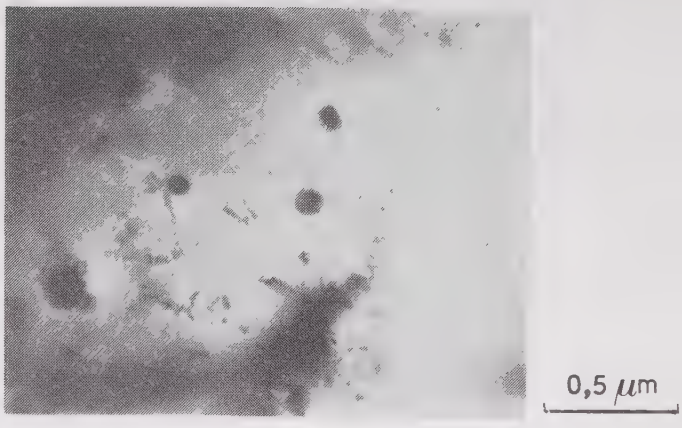
(a)
Température de la 2ème phase
= 1100°C, TFL = 700°C



(b)
Température de la 2ème phase
= 950°C, TFL = 700°C

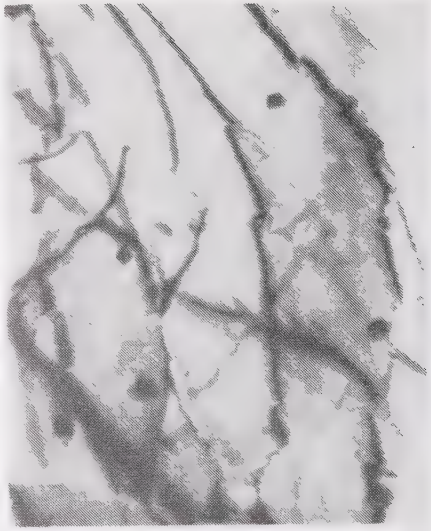


(c)
Température de la 2ème phase
= 1000°C, TFL = 800°C

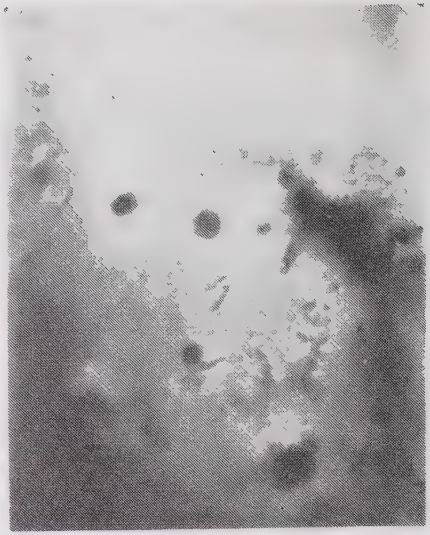


(d)
Température de la 2ème phase
= 1000°C, TFL = 800°C

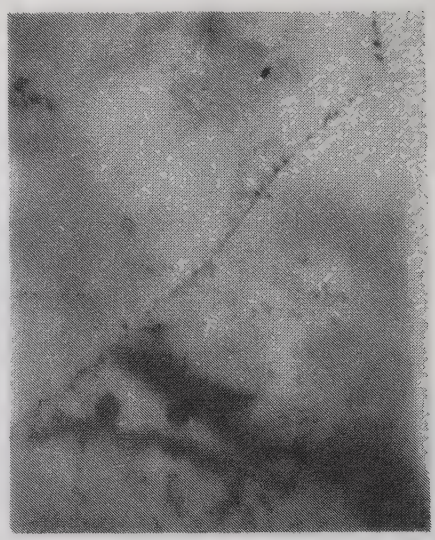
FIGURE 24 – Micrographies électroniques montrant des formes de gros précipités obtenus dans l'acier NV.



(a) Température de la 2ème phase = 900°C, TFL = 800°C

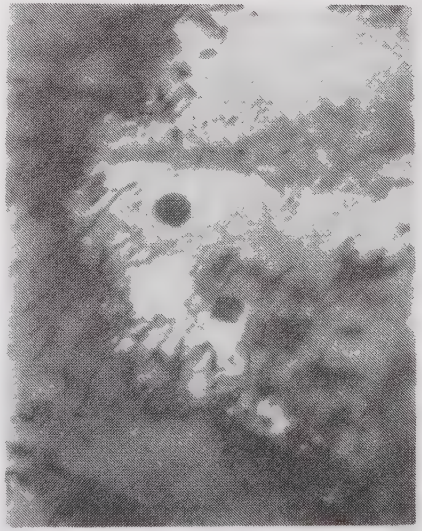


(b) Température de la 2ème phase = 1000°C, TFL = 800°C

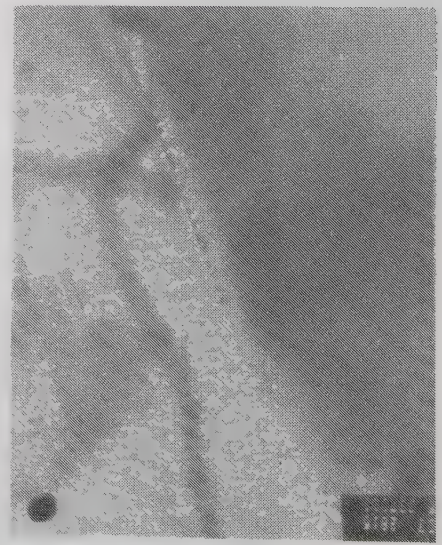


(c) Température de la 2ème phase = 1000°C, TFL = 800°C

(d) Température de la 2ème phase = 950°C, TFL = 700°C

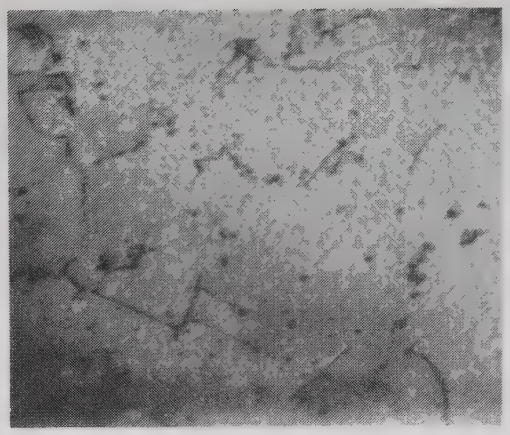


(e) Température de la 2ème phase = 1050°C, TFL = 700°C

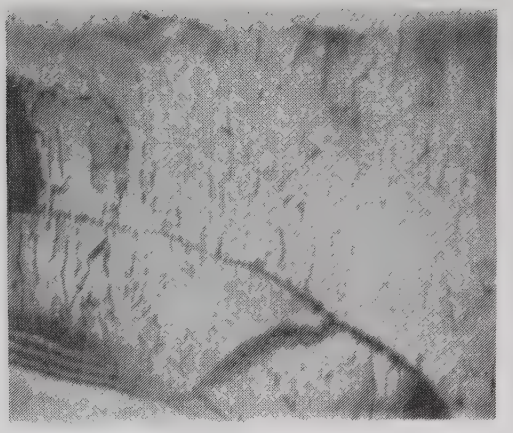


(f) Température de la 2ème phase = 950°C, TFL = 700°C

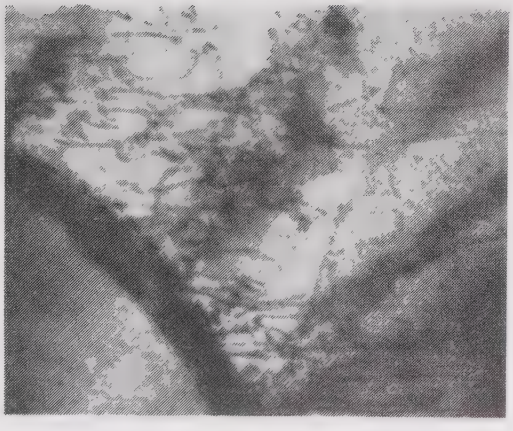
FIGURE 25 – Comparaison des gros précipités observés avec des conditions du laminage différentes.



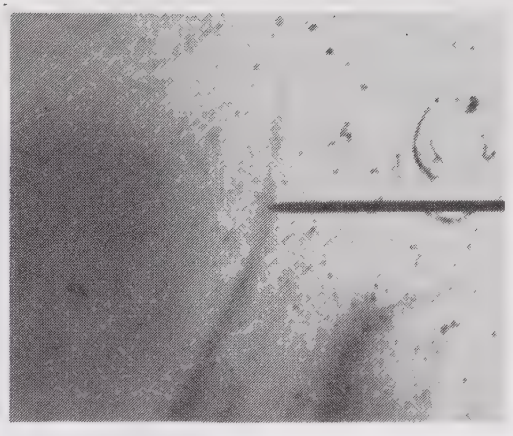
(a)
Température de la 2ème phase
= 1050°C, TFL = 800°C



(b)
Température de la 2ème phase
= 950°C, TFL = 750°C

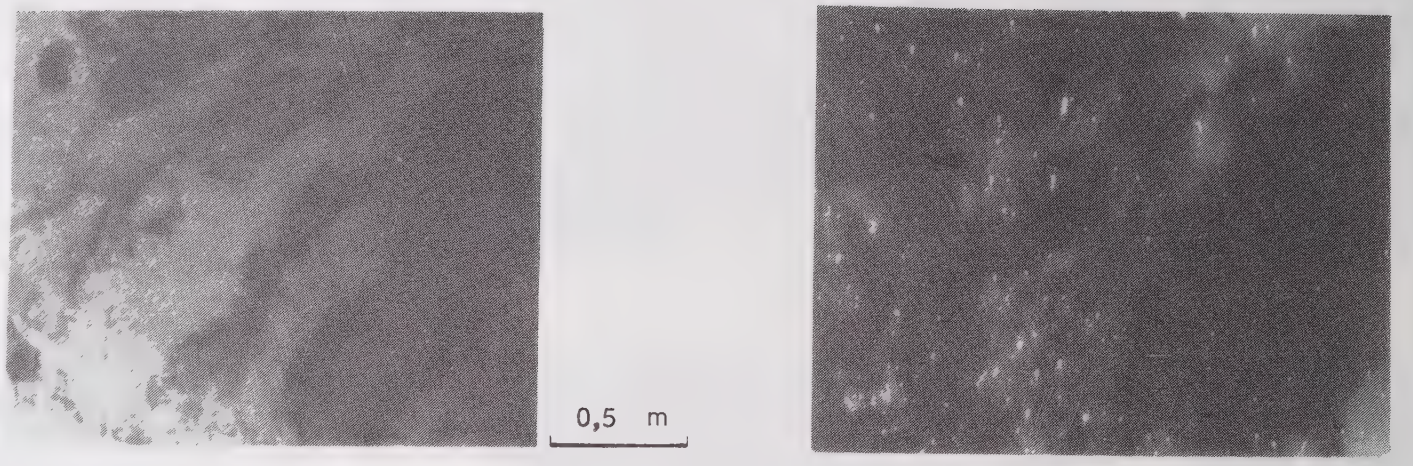


(c)
Température de la 2ème phase
= 1100°C, TFL = 750°C



(d)
Température de la 2ème phase
= 950°C, TFL = 700°C

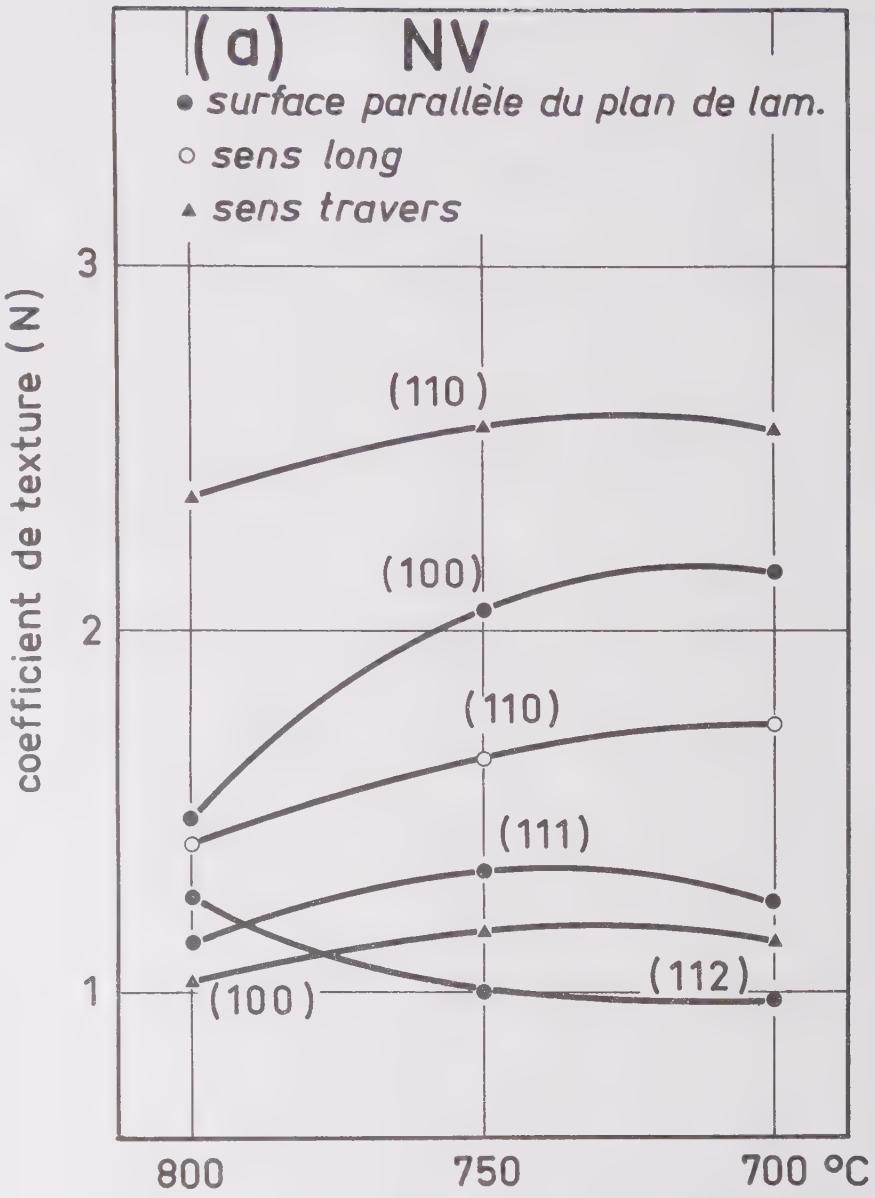
FIGURE 26 - Quatre modes principaux de précipitation : sur les dislocations, aux joints du grain et de sous-grain et précipitation de dispersion.



(a) (b)

FIGURE 27 – Micrographies électroniques montrant les précipités de dispersion (acier NV). Température de la 2ème phase = 900°C, TFL = 700°C

(a) Fond clair (b) Fond noir – même plage



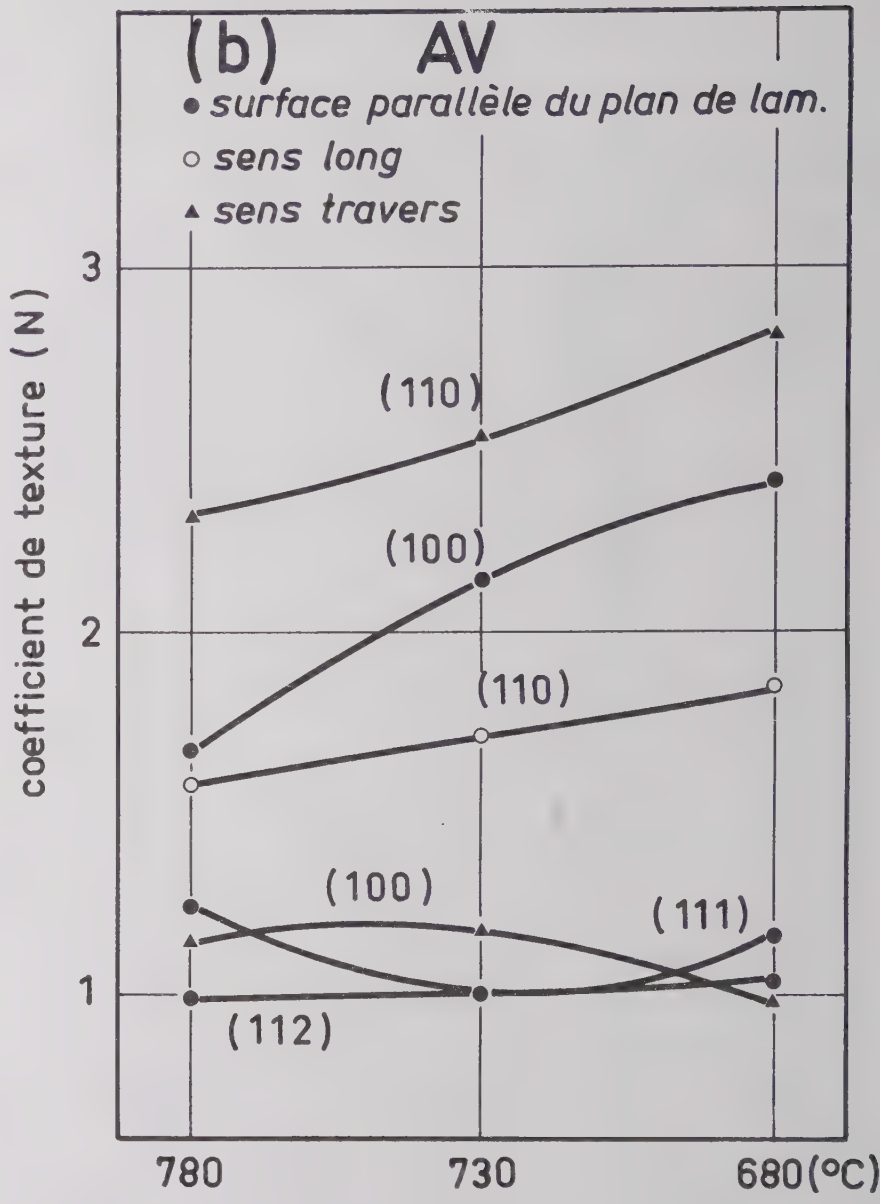


FIGURE 28 - Evolution des coefficients de texture en fonction de la température de fin de laminage.

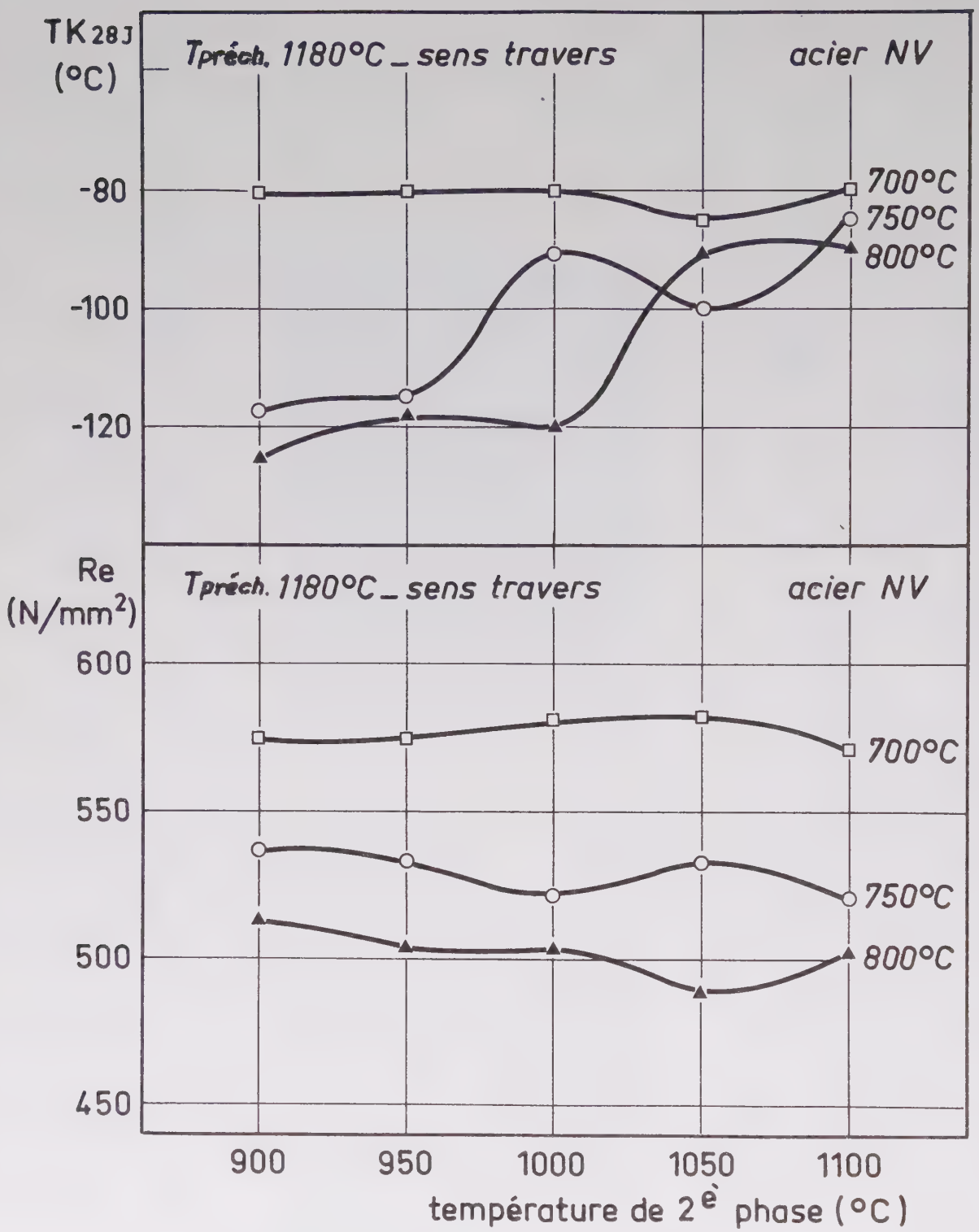


FIGURE 29 - Influence de la température de 2ème phase sur la limite d'élasticité et la température de transition pour l'acier NV préchauffé à 1180°C.

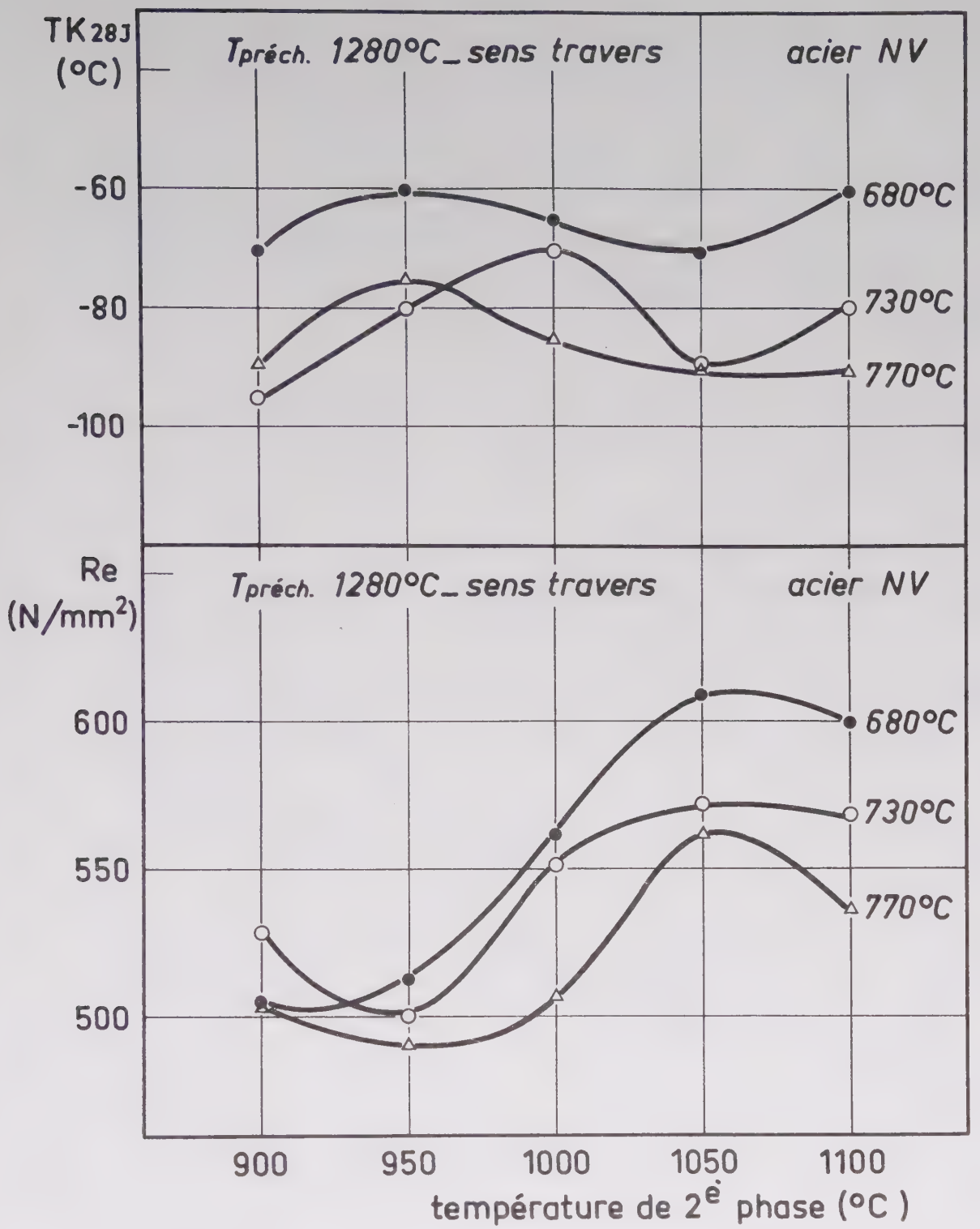


FIGURE 30 - Influence de la température de 2ème phase sur la limite d'élasticité et la température de transition pour l'acier NV préchauffé à 1280°C.

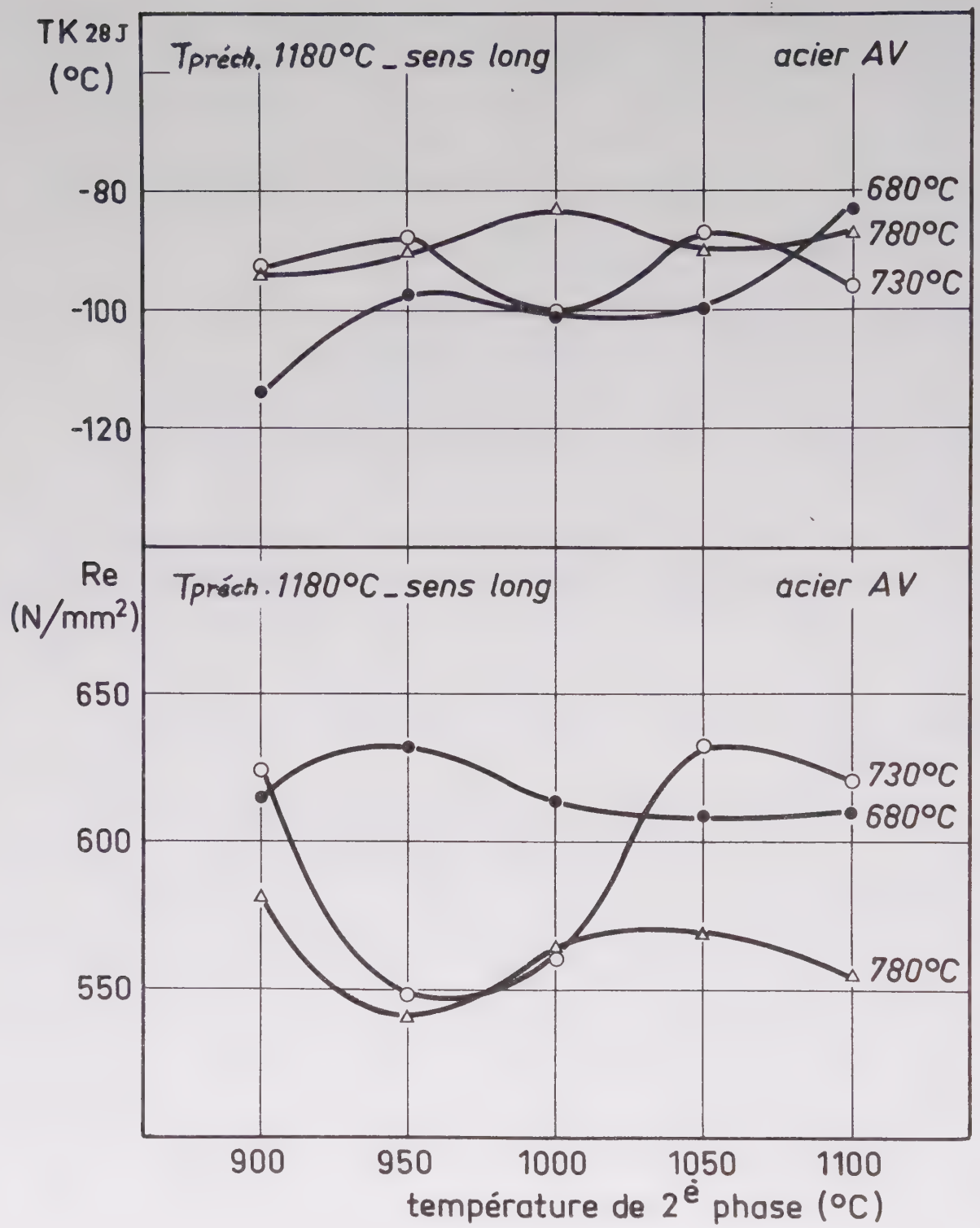


FIGURE 31 - Influence de la température de 2ème phase sur la limite d'élasticité et la température de transition pour l'acier AV préchauffé à 1180°C.

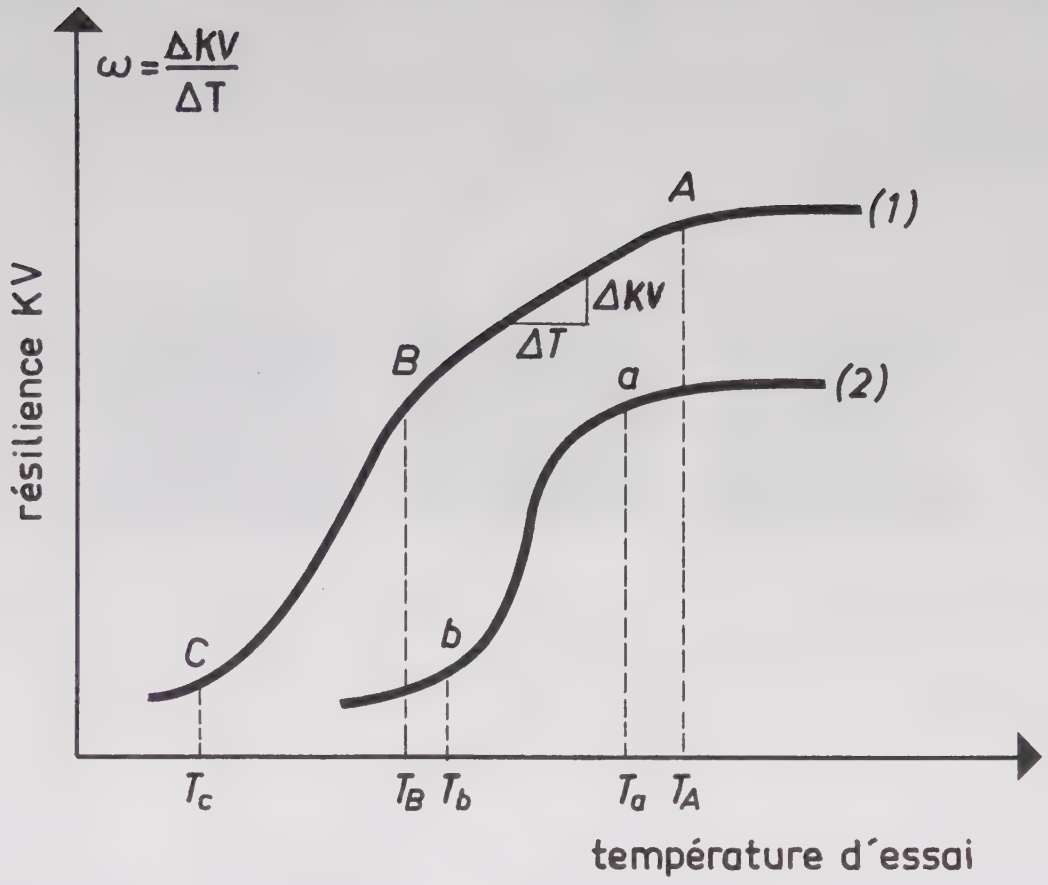
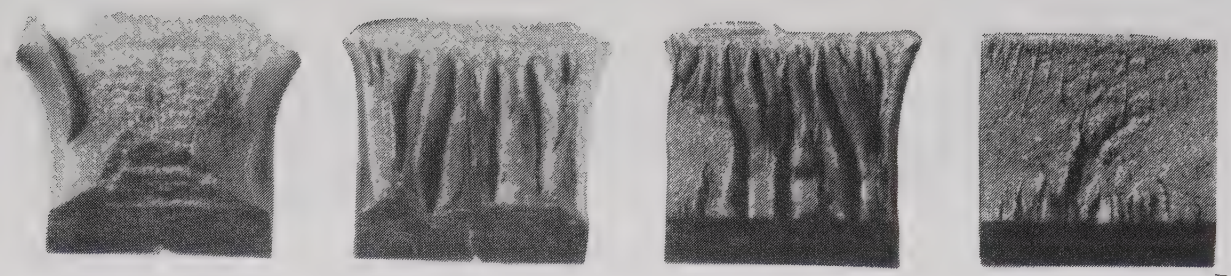
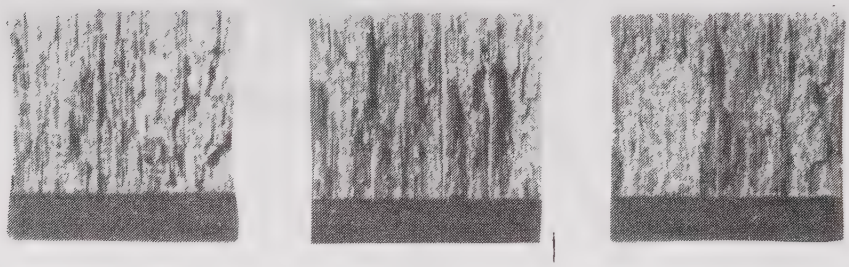


FIGURE 32 – Schéma des courbes de transition



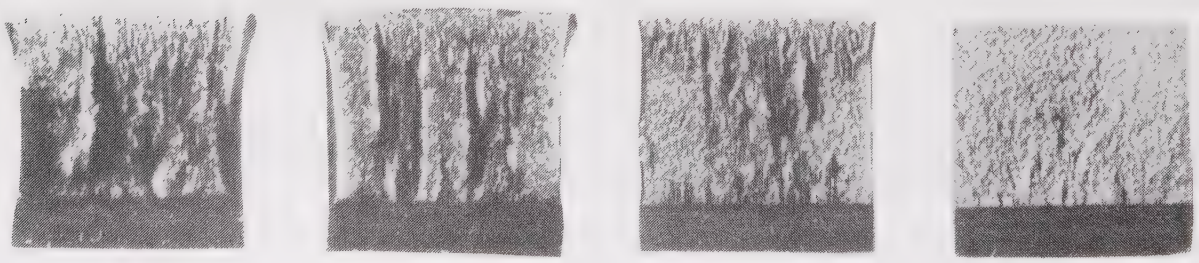
(a) (b) (c) (d)

FIGURE 33 – Aspect des cassures principales pour l'acier NV (sens travers) x 3



(a) (b) (c)

FIGURE 34 – Aspect des cassures principales pour l'acier AV (sens travers) x 3



(a) (b) (c) (d)

FIGURE 36 – Aspect des cassures principales pour l'acier AV (sens long) x 3

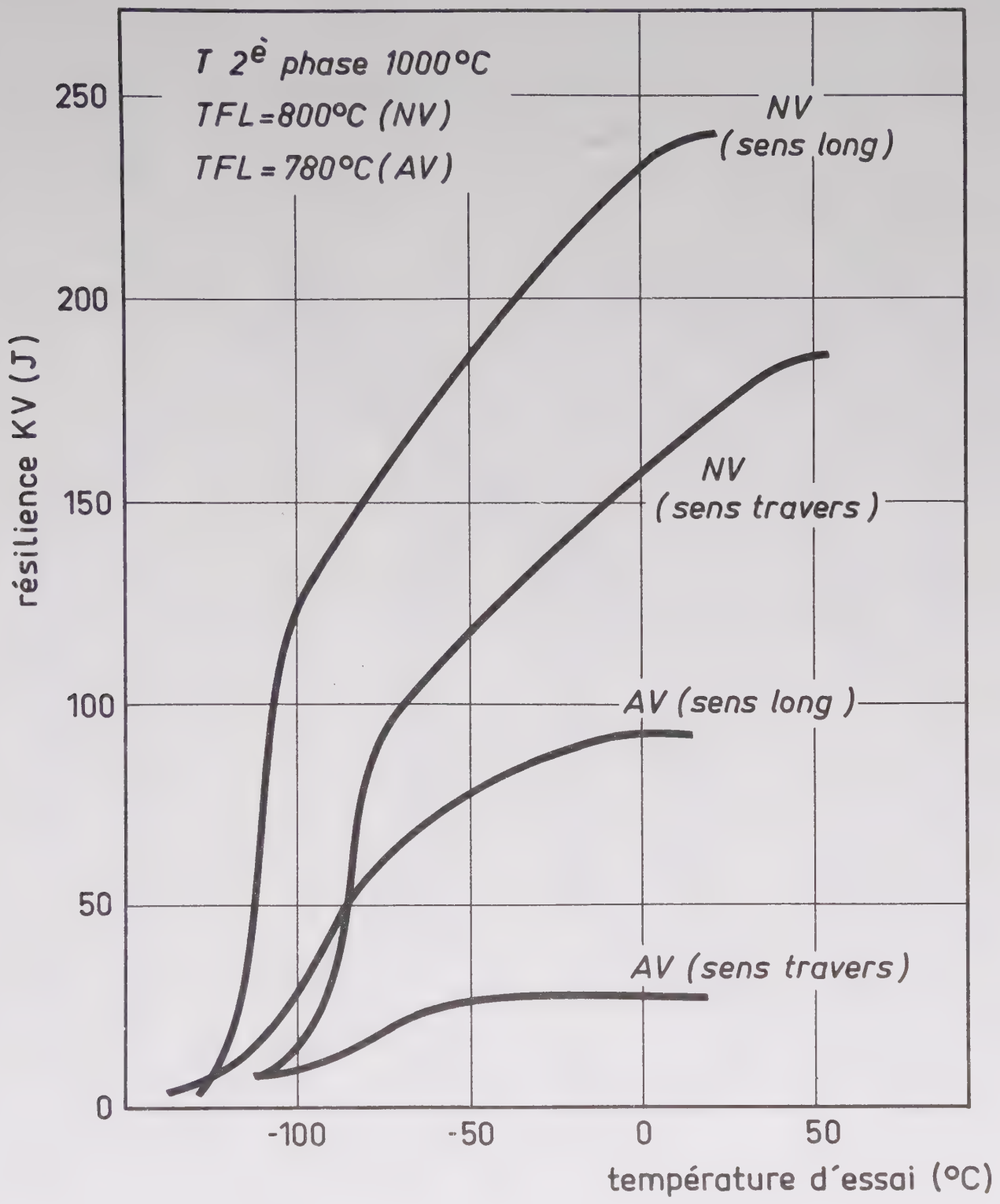


FIGURE 35 – Courbes typiques de transition des aciers NV et AV.

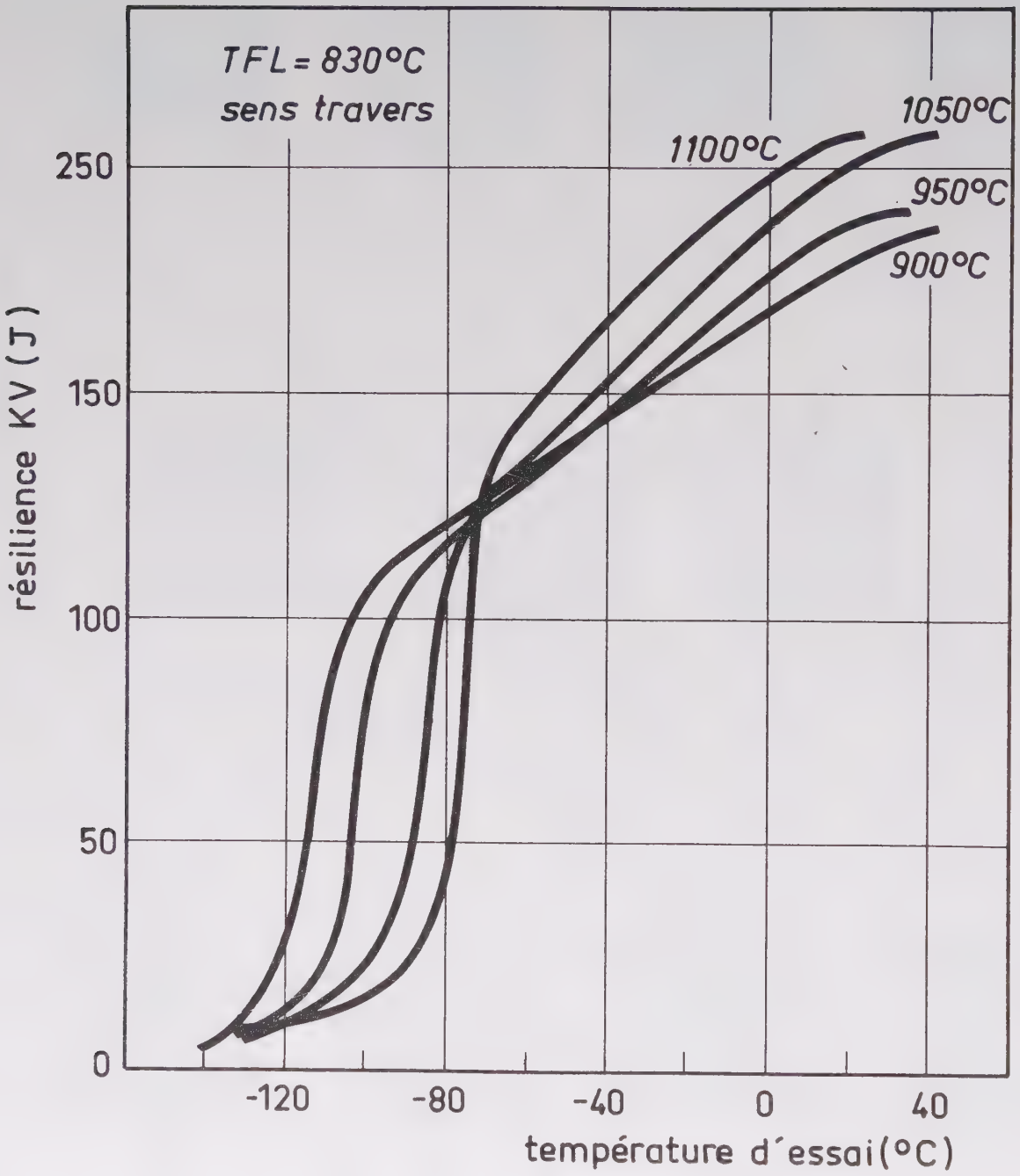


FIGURE 37 - Influence de la température de 2ème phase sur la courbe de transition pour l'acier NV.

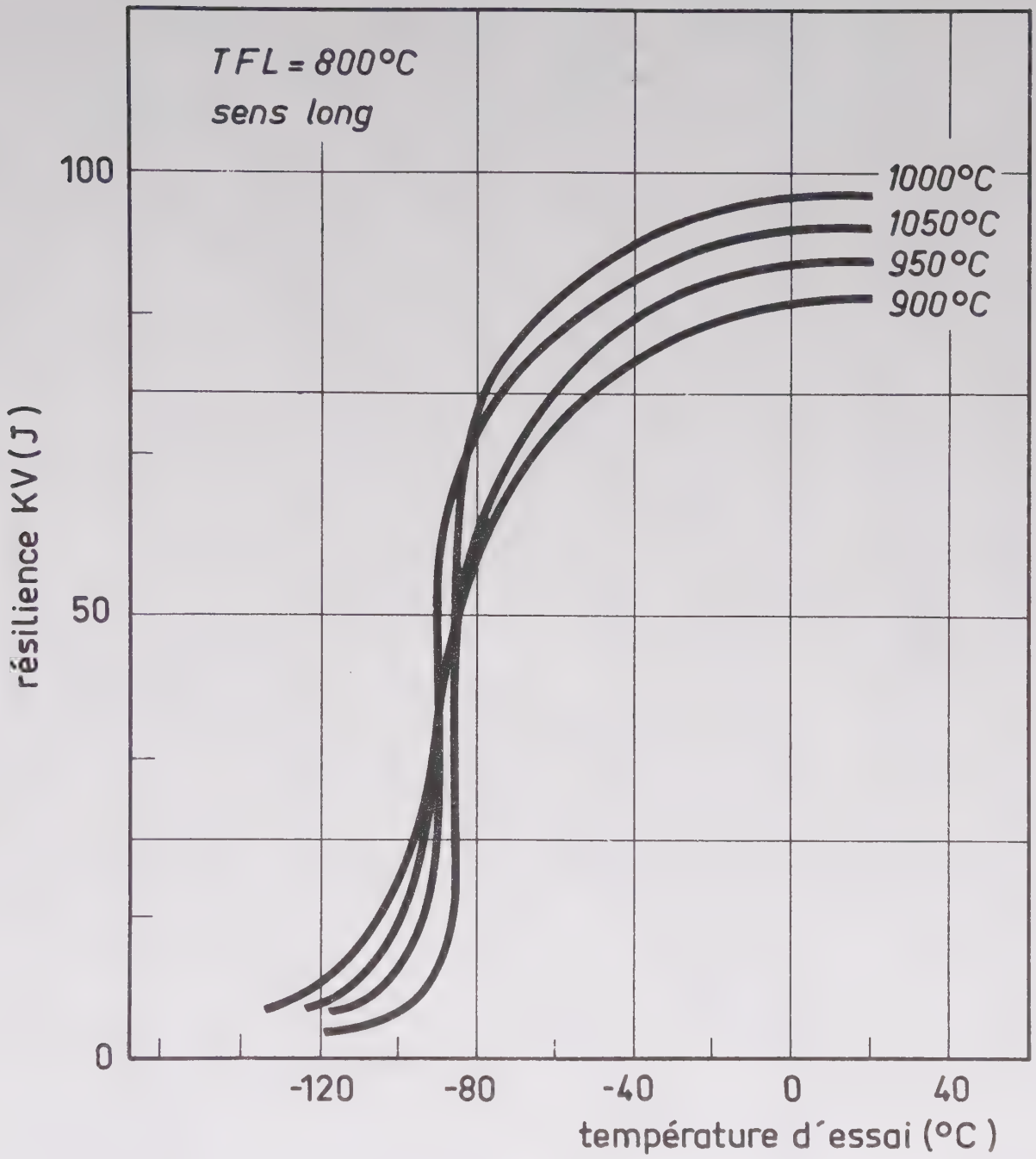


FIGURE 38 - Influence de la température de 2ème phase sur la courbe de transition pour l'acier AV.

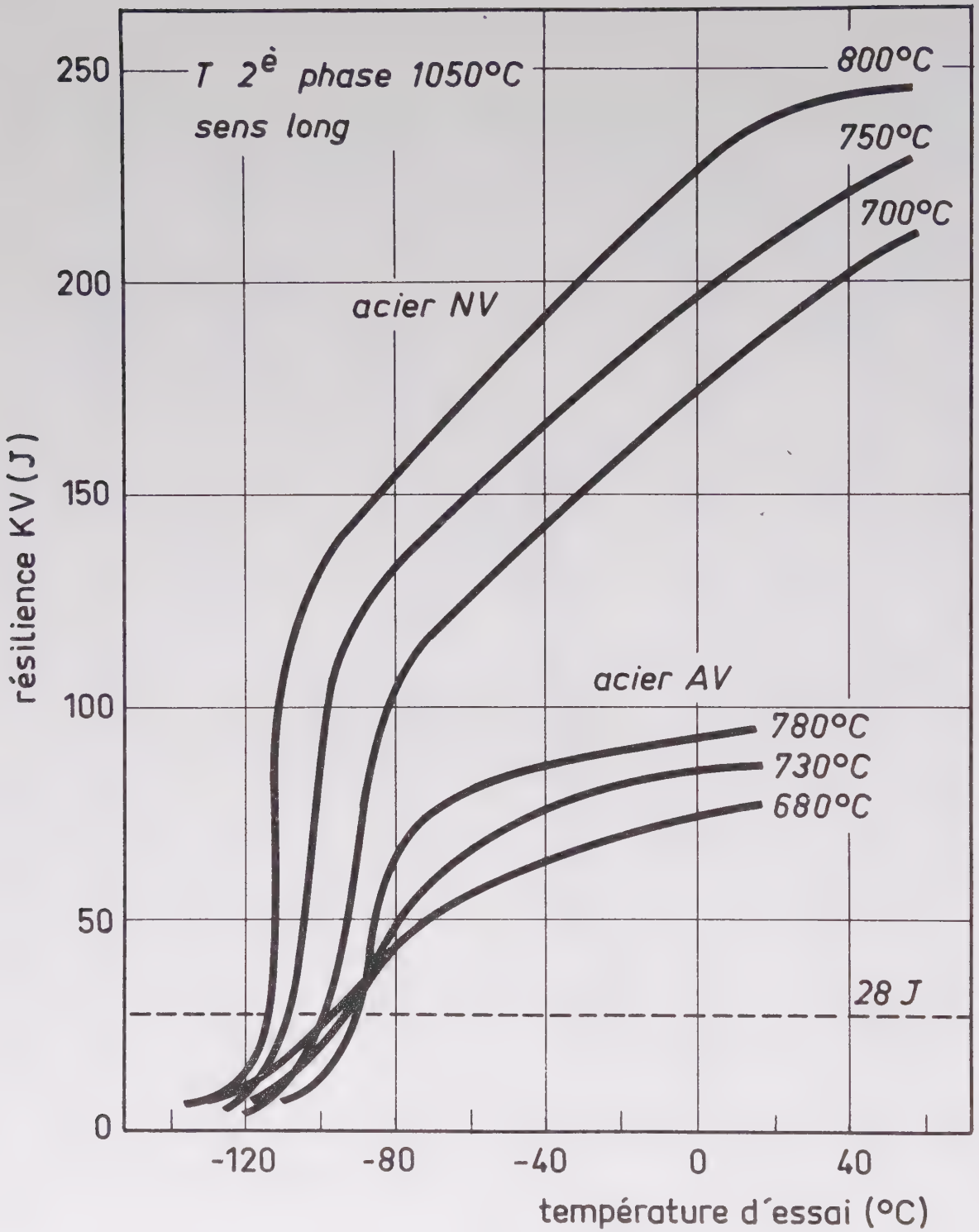


FIGURE 39 - Influence de la température de fin de laminage sur la courbe de transition.

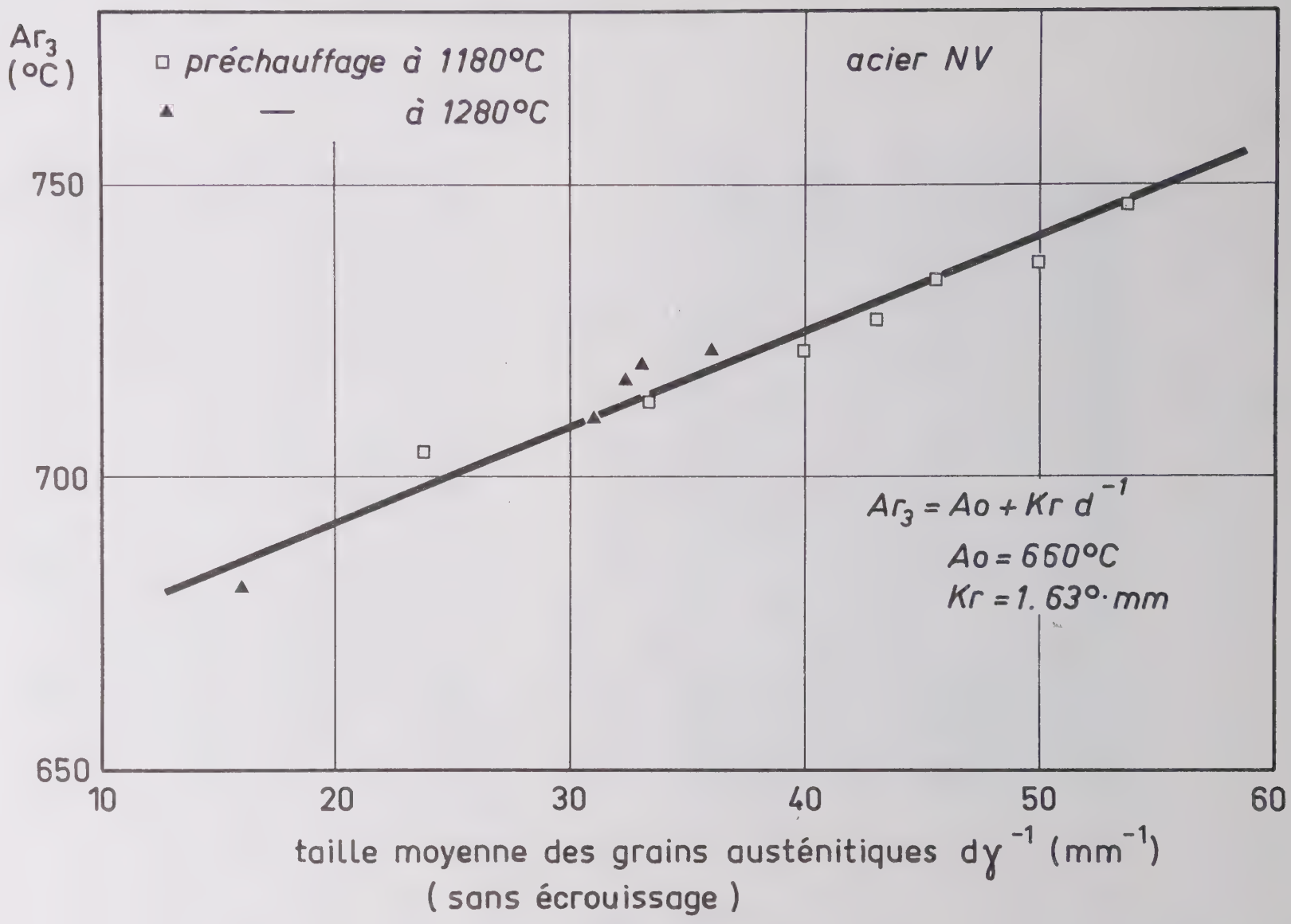


FIGURE 40 – Relation entre Ar_3 et d_γ (sans écrouissage) avant la transformation.

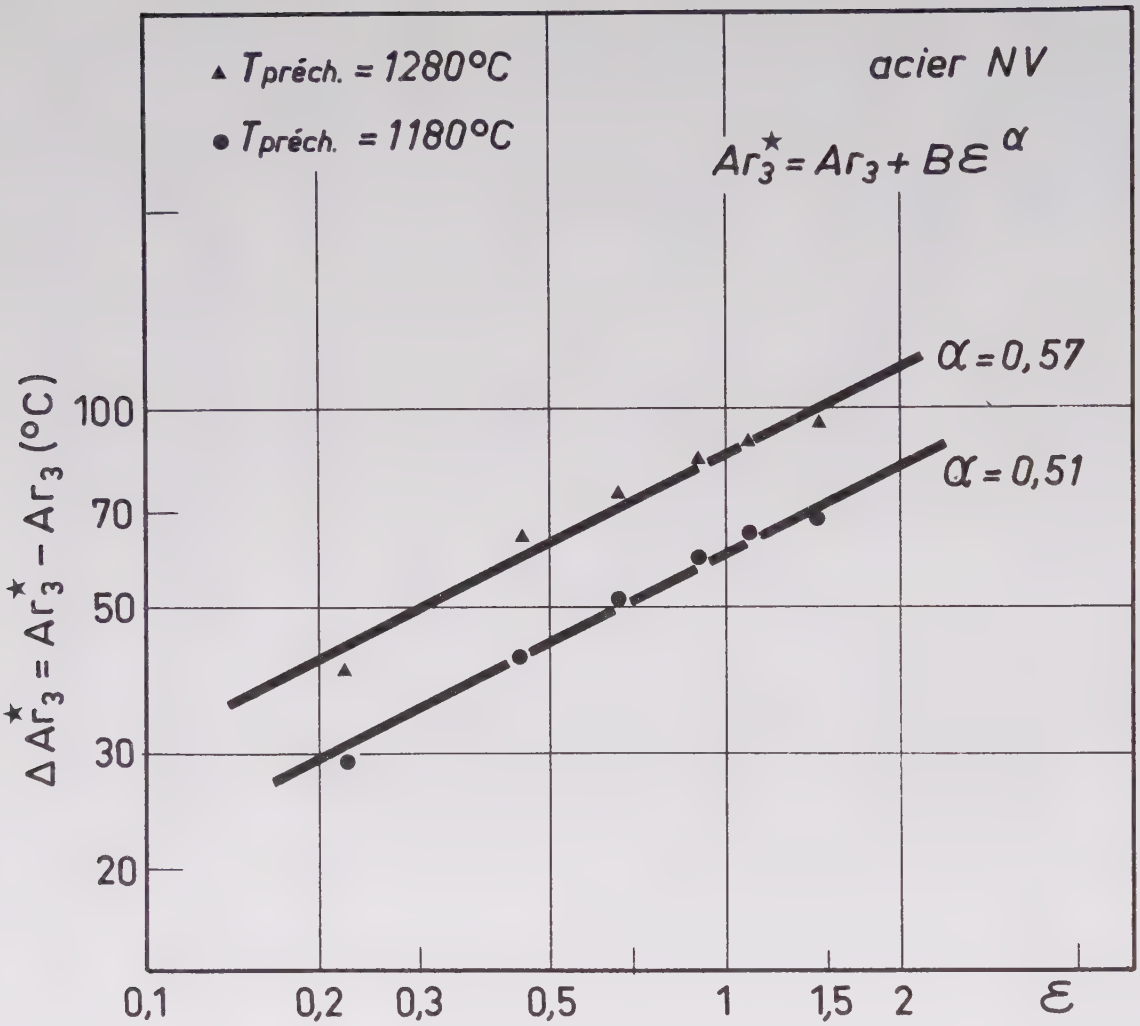


FIGURE 41 - Relation entre ΔAr_3^* et ε.

Préchauffage à 1180°C

(a) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C, trempe à 700°C x 400

(b) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C, N = 1 trs. de torsion à 880°C, trempe à 730°C x 400

FIGURE 42 – Evolution des structures austénitiques avant la transformation en fonction de la déformation pour l'acier NV.

Préchauffage à 1180°C

(c) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C,
N = 2 trs. de torsion à 880°C, trempe à 750°C
x 400

(d) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C,
N = 4 trs. de torsion à 880°C, trempe à 770°C
x 400

FIGURE 42

Préchauffage à 1180°C

(e) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C,
N = 5 trs. de torsion à 880°C, trempe à 780°C
x 400

(f) Après la déformation de la 1ère phase à 1160°C,
N = 7 trs. de torsion à 880°C, trempe à 780°C
x 400

FIGURE 42

Préchauffage à 1280°C

(a) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C
trempe à 670°C x 400

(b) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C,
N = 1 trs. de torsion à 880°C, trempe à 715°C
x 400

FIGURE 43 - Evolution des structures austénitiques avant la transformation en fonction de la déformation pour l'acier NV.

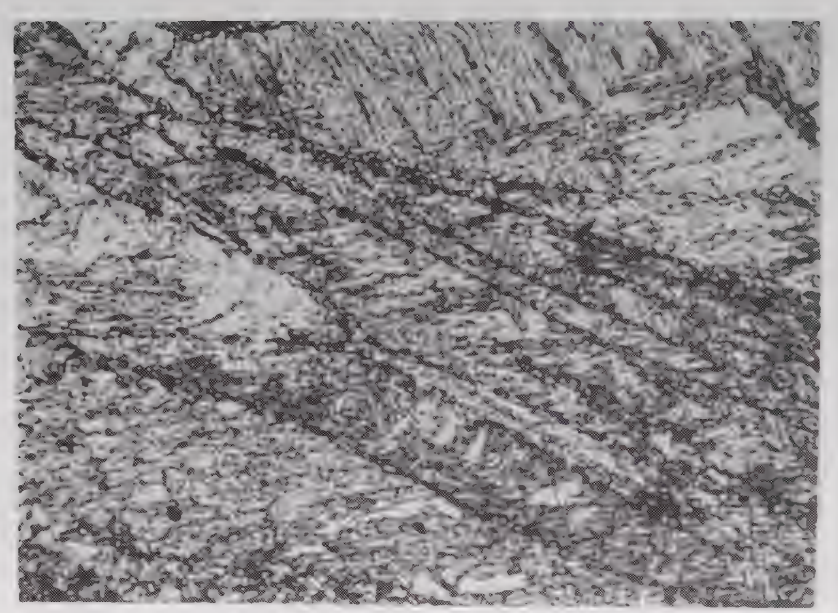
Préchauffage à 1280°C

(c) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C
N = 2 trs. de torsion à 880°C, trempe à 745°C
x 400

(d) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C,
N = 3 trs. de torsion à 880°C, trempe à 755°C
x 400

FIGURE 43

Préchauffage à 1280°C



(e) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C
N = 5 trs. de torsion à 880°C, trempe à 770°C
x 400

(f) Après la déformation de la 1ère phase à 1260°C,
N = 7 trs. de torsion à 880°C, trempe à 775°C
x 400

FIGURE 43

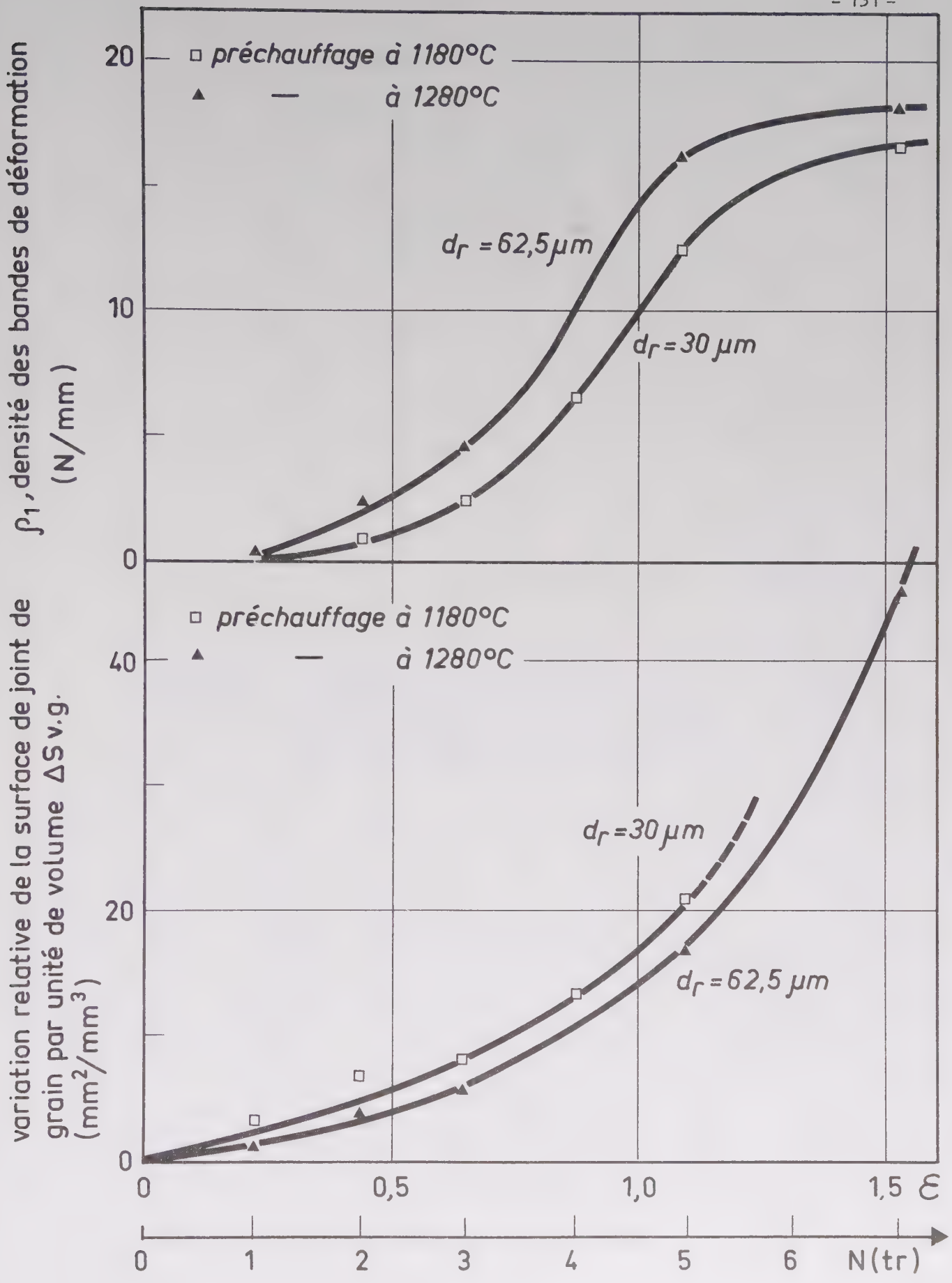


FIGURE 44 – Influence de la déformation sur la densité des bandes de déformation et ΔSv.g pour l'acier NV.

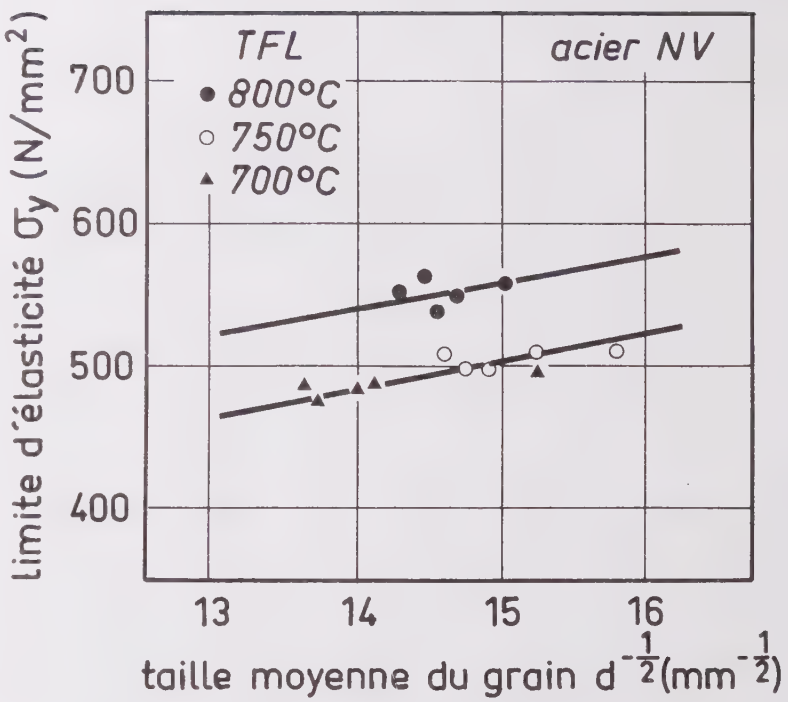


FIGURE 45 – Relation entre la limite d'élasticité et la taille moyenne du grain pour l'acier NV.

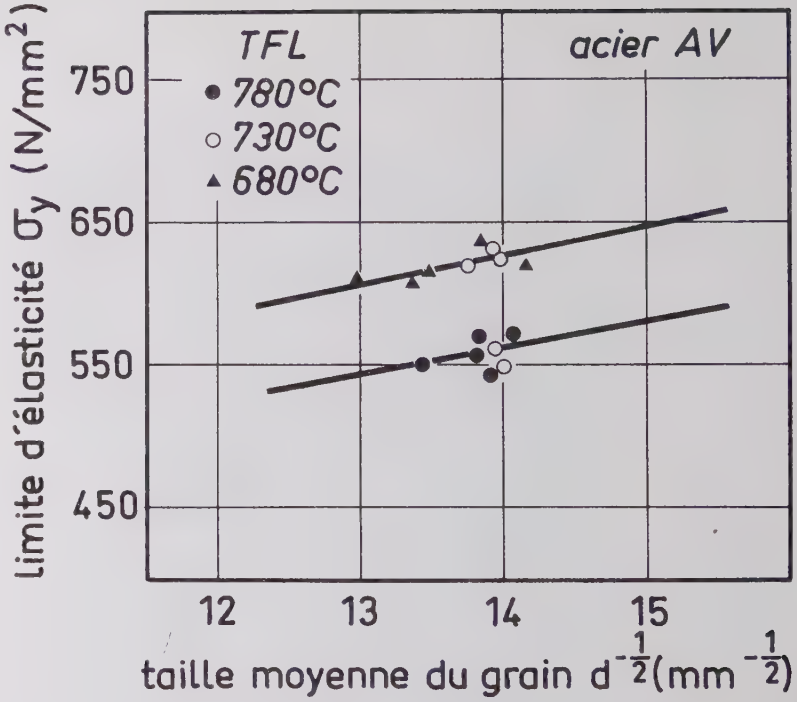


FIGURE 46 – Relation entre la limite d'élasticité et la taille moyenne du grain pour l'acier AV.

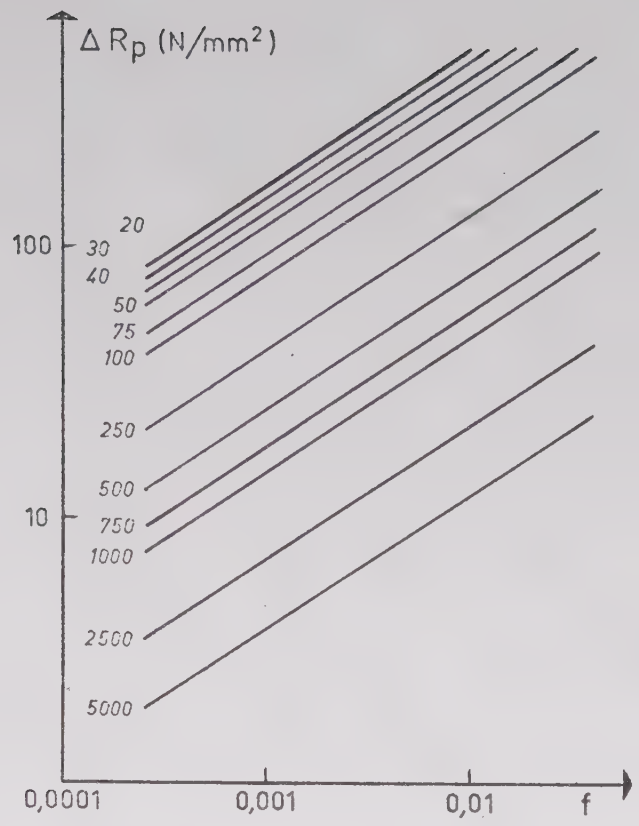


FIGURE 47 - Contribution du durcissement par précipitation à l'élévation ΔR_p de la limite d'élasticité de l'acier extra-doux en fonction de la fraction volumique f et du diamètre des précipités exprimés en A (relation de ASHBY-OROWAN).

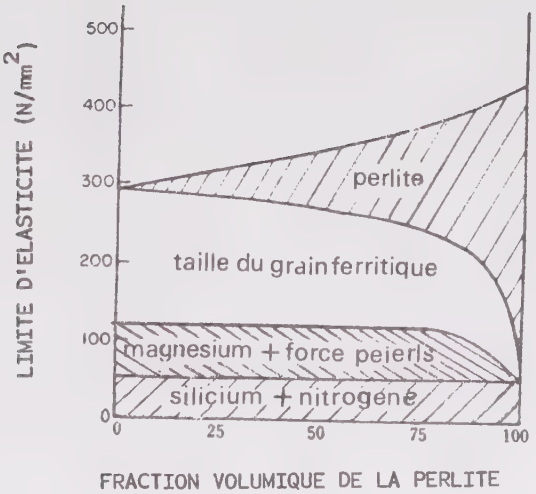


FIGURE 48 - Durcissements divers en fonction de la fraction volumique de la perlite selon[49].

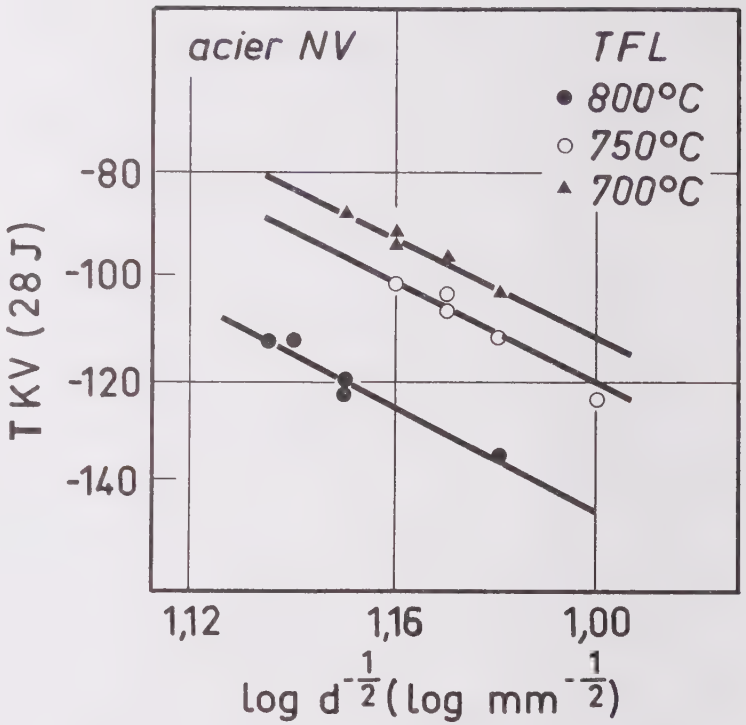


FIGURE 49 – Relation entre la température de transition et la taille moyenne du grain α.

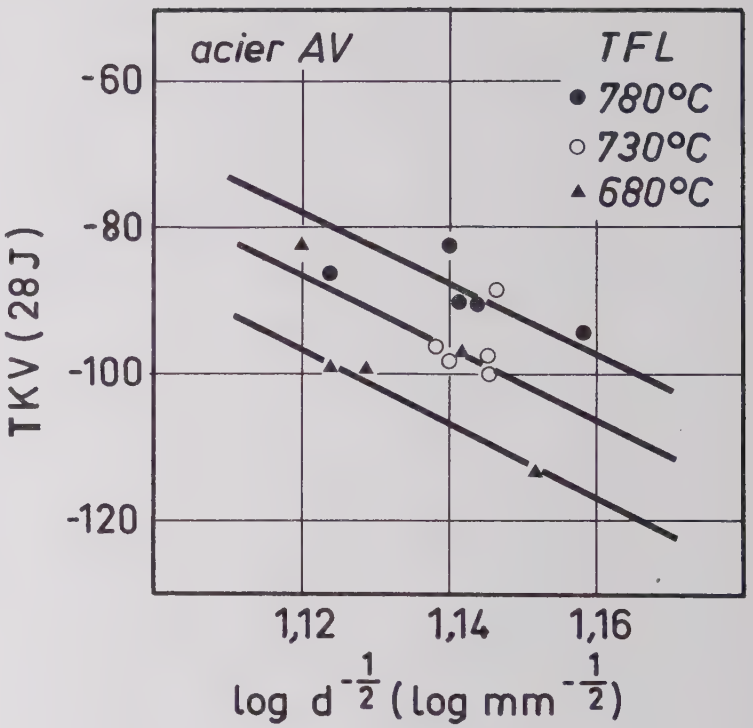


FIGURE 50 – Relation entre la température de transition et la taille moyenne du grain α.

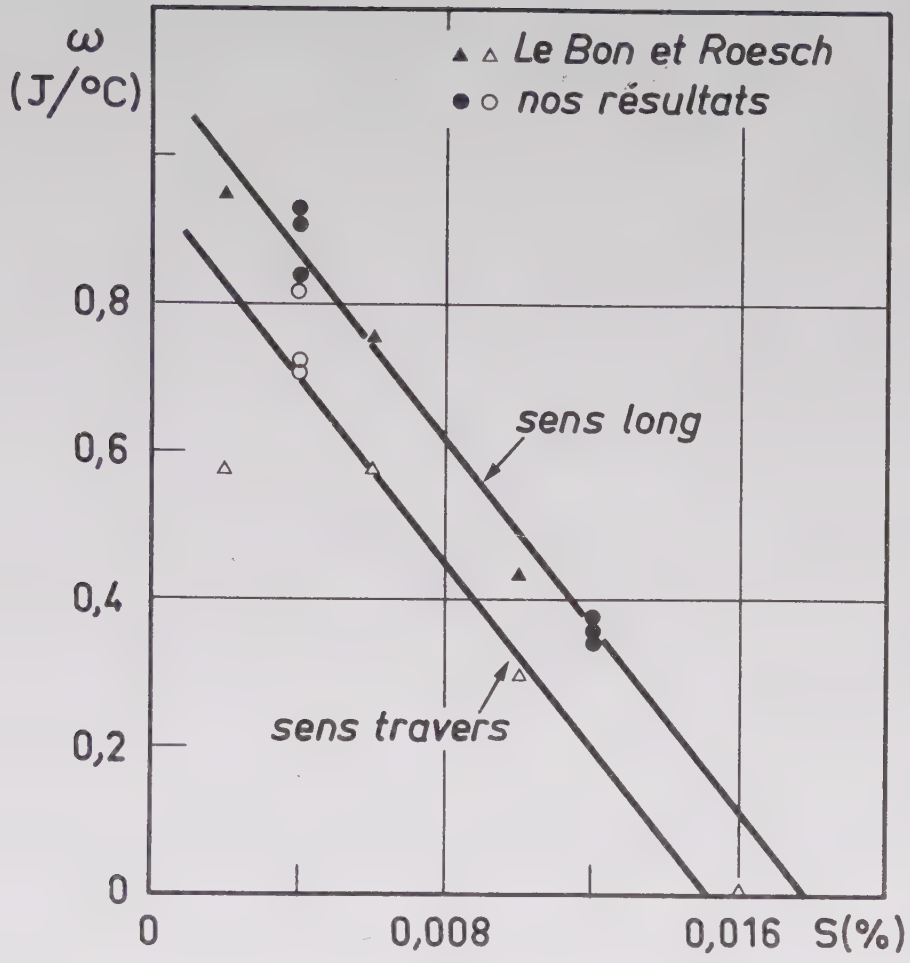


FIGURE 51 - Influence de la teneur en soufre sur la valeur de ω.

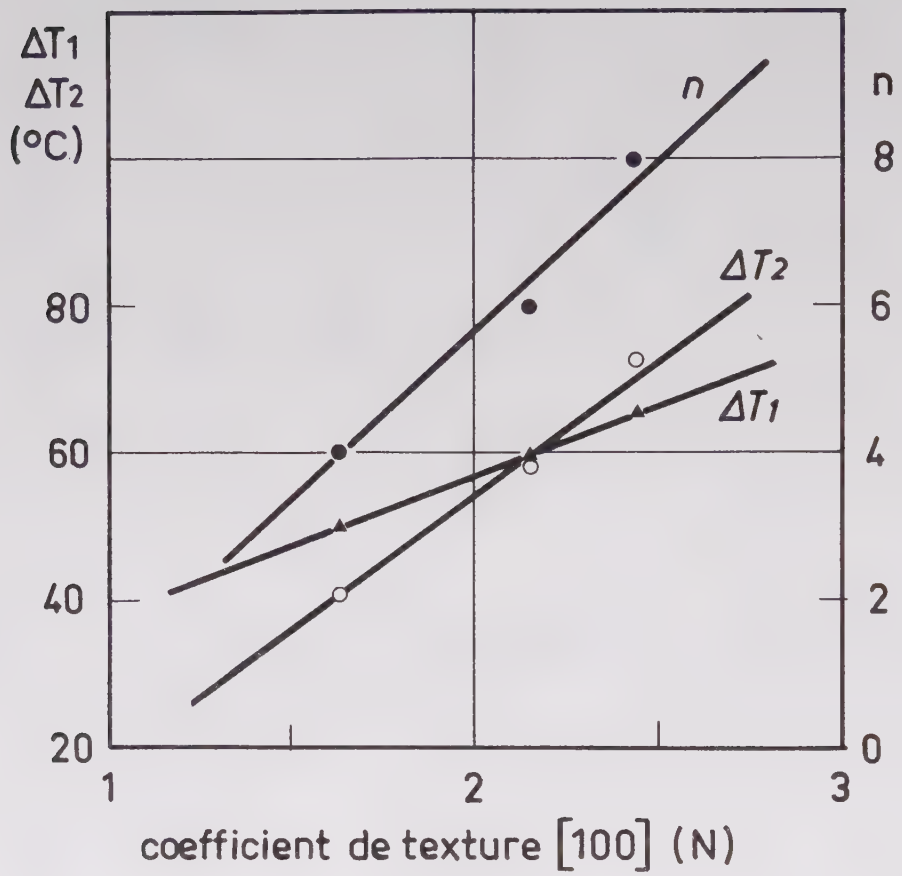


FIGURE 52 - Relation entre le coefficient de texture {100} et les paramètres ΔT_1, ΔT_2 et n pour l'acier AV sens long.

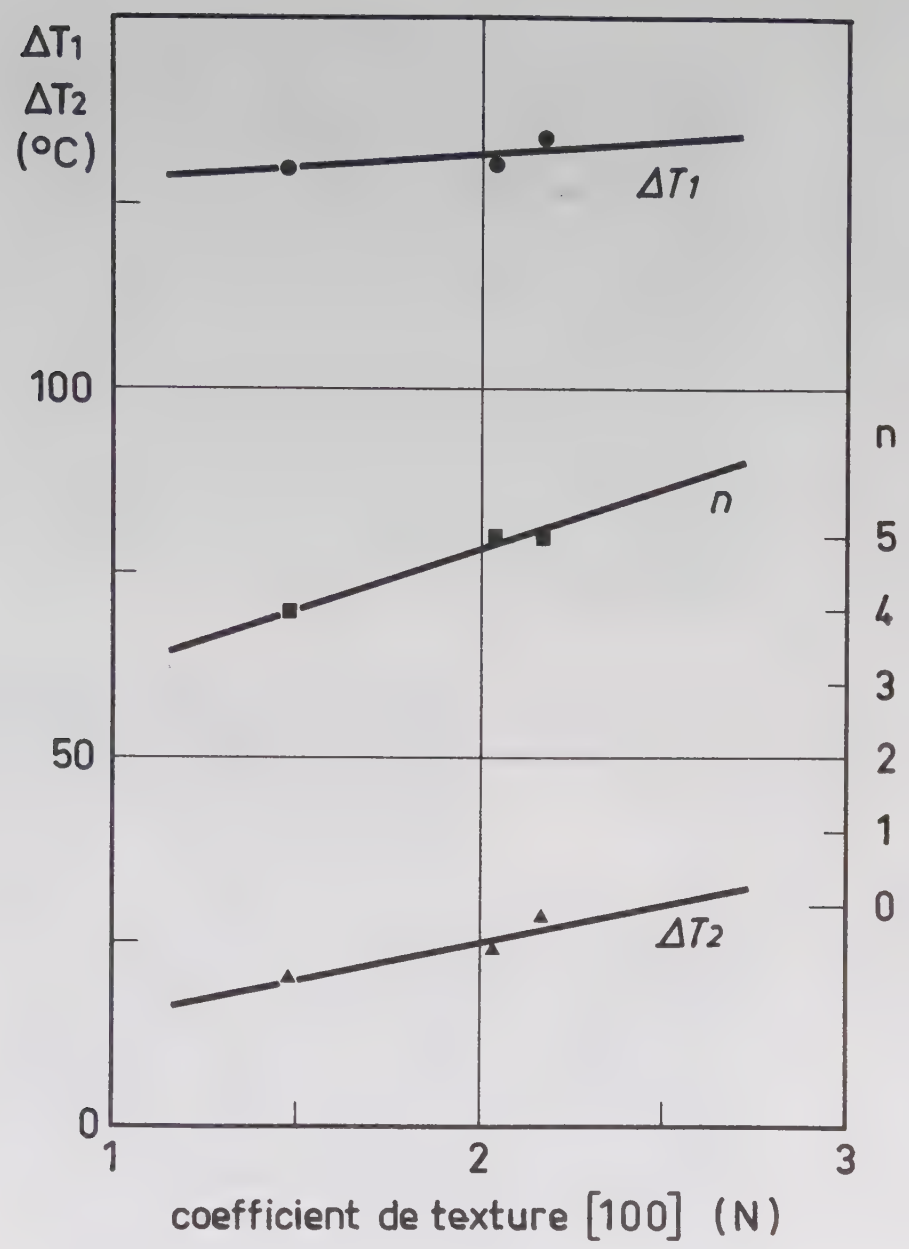
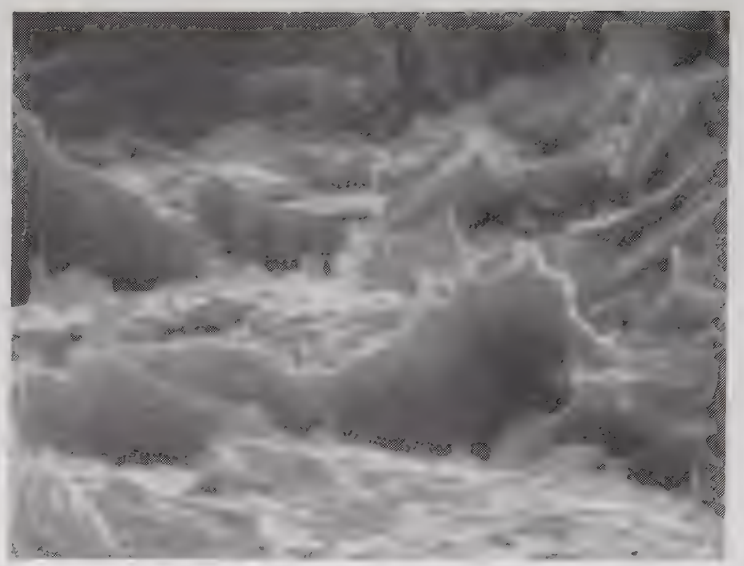


FIGURE 53 - Relation entre le coefficient de texture {100} et les paramètres ΔT_1, ΔT_2 et n pour l'acier NV sens long.



x 4000

FIGURE 54 - Amorce de délamination par déformation de la ferrite (acier NV rompu à -50°C, TFL = 700°C, sens long).

x 1500

FIGURE 55 - Faciès fragile de clivage sur la paroi de la délamination (acier NV rompu à -50°C, TFL = 700°C, sens long).

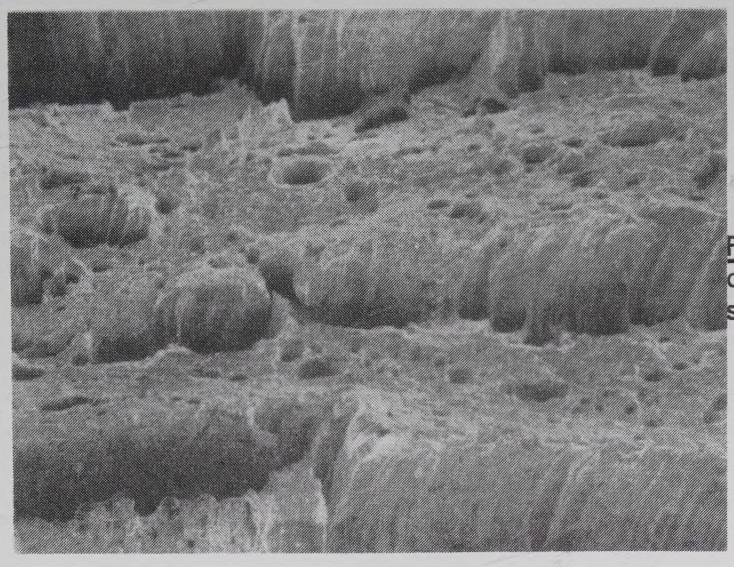


FIGURE 56 - Délamination dans une éprouvette de résilience de l'acier AV (rompue à +20°C, sens long). x 35

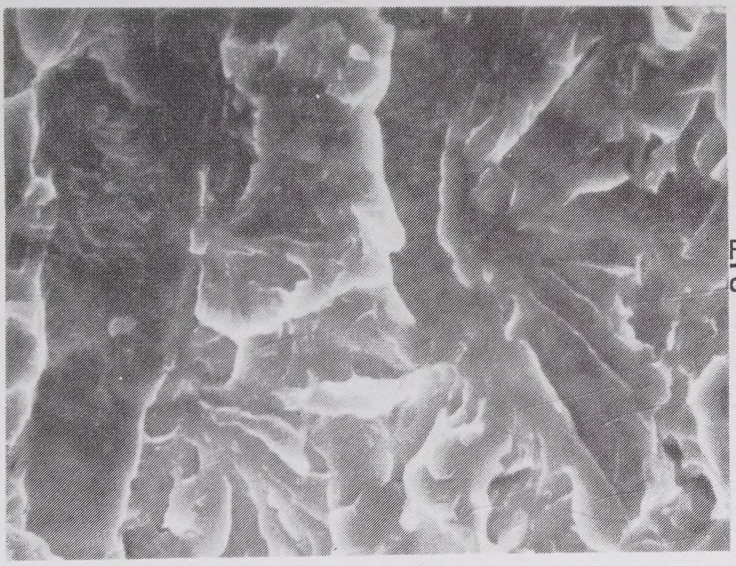


FIGURE 57 - Extension de la délamination par clivage (acier AV rompu à -120°C, sens long) x 1500

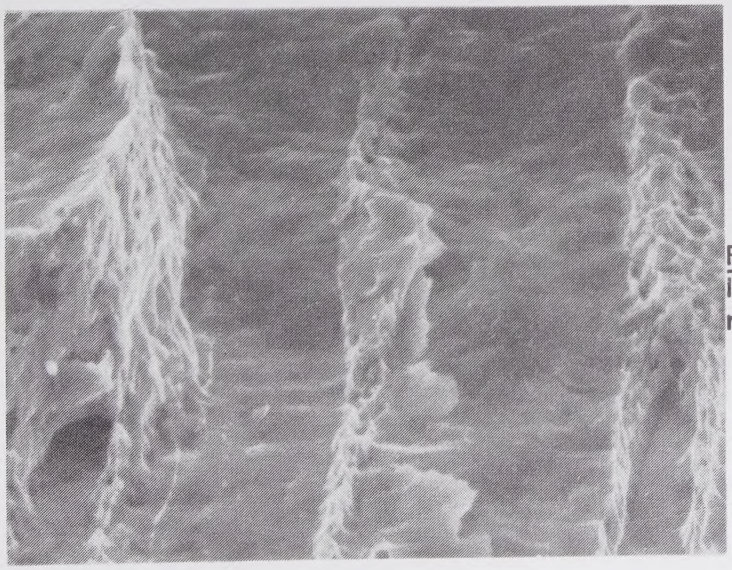


FIGURE 58 - Extension de la délamination le long des alignements de sulfures (acier AV rompu à +20°C, sens long) x 800